

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-099847

(43)Date of publication of application : 02.04.2004

(51)Int.Cl.

C10M169/02
C10M101/02
C10M105/38
C10M113/02
C10M115/00
C10M115/08
C10M115/10
C10M117/02
C10M117/04
F16C 33/66
// H02K 5/16
C10N 10:02
C10N 10:04
C10N 10:06
C10N 20:06
C10N 30:00
C10N 30:08
C10N 50:10

(21)Application number : 2002-293751

(71)Applicant : NSK LTD

(22)Date of filing : 07.10.2002

(72)Inventor : HOKAO MICHITA
NAKATANI SHINYA
MIYAJIMA HIROTOSHI

(30)Priority

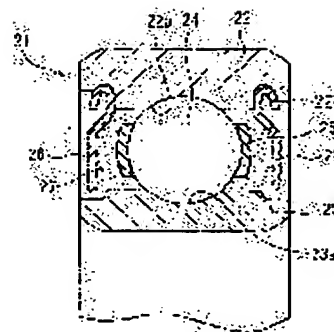
Priority number : 2002206902 Priority date : 16.07.2002 Priority country : JP

(54) GREASE COMPOSITION AND ROLLING DEVICE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a grease composition excellent in heat resistance, electric conductivity and bio-degradability, and a rolling device having electric conductivity and a long life even by being used under severe conditions such as a high temperature, high speed and heavy load, and hardly exerting influence to water quality, soil, etc., even on being released in the natural environment.

SOLUTION: This rolling device is provided by filling the grease composition 27 containing carbon black and a second thickening agent component (a calcium sulfonate complex, a polyurea, a metal complex soap or an N-substituted terephthalamic acid metal salt) as the thickening agents and a neopentyl type polyol ester oil as a base oil in the gaps of ball bearings 21 of the rolling device.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

05.10.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]

The grease constituent characterized by having constituted said thickening agent from carbon black and a second thickening-agent component, and making said second thickening-agent component into calcium sulfonate complex, poly urea, metal compound soap, or N-permutation terephthalamide acid metal salt in the grease constituent containing base oil and a thickening agent.

[Claim 2]

the grease constituent according to claim 1 characterized by having come out with carbon black 5 - 95 mass %, and said second thickening-agent component 95 - 5 mass %, and constituting said thickening agent.

[Claim 3]

The grease constituent according to claim 1 or 2 characterized by making the content of said thickening agent into three to 40 mass [of the whole constituent] %.

[Claim 4]

Said calcium sulfonate complex is a grease constituent according to claim 1 to 3 which uses calcium sulfonate and a calcium carbonate as an indispensable component, and is characterized by blending two or more sorts in calcium dibehenate, calcium distearate, calcium dihydroxy stearate, boric-acid calcium, and calcium acetate with these.

[Claim 5]

The grease constituent according to claim 4 characterized by making the base number of said calcium sulfonate into 50 - 500 mgKOH/g.

[Claim 6]

The grease constituent according to claim 1 to 5 characterized by having set 100ml / 100g or more, and primary particle size to less than 100nm, and setting specific surface area for the DBP oil absorption of said carbon black to more than 50m² / g.

[Claim 7]

It is the grease constituent according to claim 1 to 6 which said base oil contains the neopentyl mold polyol-ester oil, and is characterized by the content being more than 80 mass % of the whole base oil.

[Claim 8]

The grease constituent according to claim 7 characterized by making the content of said thickening agent into three to 20 mass [of the whole constituent] %.

[Claim 9]

The grease constituent according to claim 7 or 8 characterized by whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of the Europe specification advisory committee specification] being 80% or more.

[Claim 10]

In the rolling equipment equipped with a way member, the method member of outside which has the orbital plane which counters the orbital plane of this inner direction member, and has been arranged outside the method member of said inside at the way, and two or more rolling elements arranged free [rolling] among said both orbital planes while it has an orbital plane outside Rolling equipment characterized by filling up with a grease constituent according to claim 1 to 9 the opening circles in which it was formed between the method member of said inside, and the method member of said outside, and said rolling element was arranged.

[Claim 11]

Rolling equipment according to claim 10 characterized by being anti-friction bearing used for business machines, such as a copying machine and a printer.

[Claim 12]

Rolling equipment according to claim 10 characterized by being anti-friction bearing used for automobile engine auxiliary machinery, such as anti-friction bearing used for automobile electric equipment articles, such as an AC dynamo and an electromagnetic clutch, or an idler pulley.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]**[0001]****[Field of the Invention]**

This invention relates to the grease constituent excellent in thermal resistance, conductivity, and biodegradability, and relates to an usable grease constituent especially at the grease constituent excellent in thermal resistance and conductivity, and a list suitable for the lubrication of rotation parts, such as a business machine, an automobile electric equipment article, and automobile engine auxiliary machinery, or a sliding part.

[0002]

Moreover, even if this invention is used under the severe conditions of an elevated temperature, a high speed, and the Takani pile, it is used under long lasting rolling equipment and the above severe conditions, is long lasting and is emitted to natural environment, it relates to the rolling equipment which cannot have a bad influence on water quality, soil, etc. easily, and it relates to usable anti-friction bearing especially suitable for a business machine, an automobile electric equipment article, automobile engine auxiliary machinery, etc.

[0003]**[Description of the Prior Art]**

In OA equipment especially a copying machine, a printer, etc., since the heater is inserted in the axial center of a roller in order to carry out heating fusion of the coloring impalpable powder (toner) which consists of thermoplastics and a coloring agent and to make it fixed to space with a pressure, the temperature of anti-friction bearing which supports this roller pivotable may reach before and after 200 degrees C depending on a model from 140 degrees C. Therefore, it is necessary to use heat-resistant outstanding grease for such anti-friction bearing.

[0004]

Moreover, since the inside-and-outside ring of anti-friction bearing is in the insulating condition with the oil film of lubricant, static electricity generates it with rotation. Since the radiated noise has bad influences, such as distortion, on the copy screen of a copying machine, by being filled up with conductive grease in anti-friction bearing, between inside-and-outside rings is made into a conductive state, and the measures of removing static electricity are taken as indicated by JP,63-24038,B, for example.

[0005]

On the other hand, since the formation of small lightweight and expansion of habitation space are desired, contraction of engine room space is obliged, therefore, as for the automobile (passenger car), small lightweight-ization of automobile engine auxiliary machinery, such as automobile electric equipment articles, such as an AC dynamo and an electromagnetic clutch, and an idler pulley, is advanced further. Since sealing-ization of an engine room is progressing for the purpose of improvement in silence in addition to this, elevated-temperature-ization in an engine room is promoted. Therefore, the property to bear an elevated temperature has also been needed for said each part article.

[0006]

Moreover, in anti-friction bearing currently used for said each part article, hydrogen may occur with the moisture in bearing, it may invade into the bearing steel with which this hydrogen constitutes an inner ring of spiral wound gasket, an outer ring of spiral wound gasket, and a rolling element, and the exfoliation accompanied by the white organization by hydrogen embrittlement may be caused as indicated by JP,11-72120,A. When a direct current arises for metallic contact by strong vibration etc.

between the inside-and-outside rings which are in the insulating condition with the oil film of lubricant, from the moisture in bearing, a hydrogen ion is generated easily. Generating of such hydrogen and the exfoliation accompanied by the white organization by it can be remarkably controlled by giving conductivity to grease.

[0007]

[Patent reference 1]

JP,2002-80879,A

[Patent reference 2]

JP,63-24038,B

[Patent reference 3]

JP,11-72120,A

[Patent reference 4]

JP,5-86389,A

[Patent reference 5]

JP,6-1989,A

[Patent reference 6]

JP,8-20789,A

[0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]

For example, since the fluorine system grease which made polytetrafluoroethylene (PTFE) the thickening agent and made the perfluoro polyether oil (PFPE oil) base oil is excellent in thermal resistance, even the hot environments 180 degrees C or more of anti-friction bearing filled up with this fluorine system grease are usable. Therefore, it is applicable as above anti-friction bearings used in a copying machine, a printer, etc.

[0009]

However, it was difficult for the above fluorine system grease to add the additive blended with common grease, and it had the inclination to be inferior to lubricity, rust-proofing nature, and the engine performance that prevents metallic corrosion. Furthermore, it also has the trouble that fluorine system grease is expensive about 5 to 20 times compared with synthetic oil system grease.

On the other hand, as a grease constituent for anti-friction bearings by which current use is carried out in an automobile electric equipment article or automobile engine auxiliary machinery, the grease constituent which made synthetic oil base oil and made the urea compound the thickening agent is mainly used, and this urea compound-synthetic oil system grease has the lubricity excellent in 170-180 degrees C. However, under the elevated temperature 200 degrees C or more, since evaporation of base oil, hardening of the grease accompanying it, and softening of the grease by destruction of a thickening agent arose, anti-friction bearing filled up with urea compound-synthetic oil system grease had a possibility of producing printing at an early stage.

[0010]

On the other hand, since it is used for various machineries, each above-mentioned grease is emitted into natural environment in many cases, and when it does so, it has a possibility of having a bad influence on the natural environment of water quality, soil, etc. In order to solve such a trouble, the grease which gave biodegradability is proposed by JP,5-86389,A, JP,6-1989,A, and JP,8-20789,A by using a polyol-ester oil and vegetable oil as base oil. However, grease given in these official reports had the trouble that oxidation stability was inadequate.

[0011]

Then, this invention solves the trouble which the above conventional techniques have, and let it be a technical problem to provide the grease constituent excellent in thermal resistance and conductivity, and a list with the grease constituent excellent in thermal resistance, conductivity, and biodegradability. Moreover, even if it is used under the above severe conditions while it has long lasting rolling equipment and conductivity, even if this invention is used under the severe conditions of an elevated temperature, a high speed, and the Takani pile while it has conductivity, is long lasting and is emitted to natural environment, it combines with water quality, soil, etc. offering the rolling equipment which cannot do a bad influence easily, and makes it a technical problem.

[0012]

[Means for Solving the Problem]

In order to solve said technical problem, this invention consists of the following configurations. That is, in the grease constituent containing base oil and a thickening agent, the grease constituent of claim 1

concerning this invention constitutes said thickening agent from carbon black and a second thickening-agent component, and is characterized by making said second thickening-agent component into calcium sulfonate complex, poly urea, metal compound soap, or N-permutation terephthalamide acid metal salt.

[0013]

Since the grease constituent of this invention contains carbon black as a thickening agent, it has the outstanding conductivity. Moreover, since calcium sulfonate complex, poly urea, metal compound soap, or N-permutation terephthalamide acid metal salt was used as the second thickening-agent component, thermal resistance and the lubricity under an elevated temperature are excellent. In addition, when calcium sulfonate complex is used as the second thickening-agent component, the rust-proofing nature excellent in the grease constituent is also given.

[0014]

moreover, the grease constituent of claim 2 concerning this invention is characterized by having come out with carbon black 5 - 95 mass %, and said second thickening-agent component 95 - 5 mass %, and constituting said thickening agent in a grease constituent according to claim 1.

the second thickening-agent component turns into that thermal resistance and the lubricity under an elevated temperature are inadequate (when the second thickening-agent component is calcium sulfonate complex, rust-proofing nature is also combined and it becomes inadequate). (namely, -- carbon black is an excess of 95 mass %) [be / it / under 5 mass %] On the other hand, since carbon black becomes that the second thickening-agent component is an excess of 95 mass % under 5 mass %, conductivity becomes inadequate. In order to make it harder to produce such to un-arrange, it is more desirable to constitute a thickening agent from carbon black 10 - 90 mass %, and the second thickening-agent component 90 - 10 mass %.

[0015]

Furthermore, the grease constituent of claim 3 concerning this invention is characterized by making the content of said thickening agent into three to 40 mass [of the whole constituent] % in a grease constituent according to claim 1 or 2.

It becomes difficult to maintain grease structure as it is under 3 mass %, and since the amount of base oil decreases that it is an excess of 40 mass %, there is a possibility that sufficient lubrication engine performance may not be obtained.

[0016]

Furthermore, in a grease constituent according to claim 1 to 3, said calcium sulfonate complex uses calcium sulfonate and a calcium carbonate as an indispensable component, and the grease constituent of claim 4 concerning this invention is characterized by blending two or more sorts in calcium dibehenate, calcium distearate, calcium dihydroxy stearate, boric-acid calcium, and calcium acetate with these.

[0017]

Furthermore, the grease constituent of claim 5 concerning this invention is characterized by making the base number of said calcium sulfonate into 50 - 500 mgKOH/g in a grease constituent according to claim 4.

a base number -- said -- being out of range -- the increase of a thickening agent -- a butterfly -- effectiveness -- there is a possibility that un-arranging may arise. In order to make it harder to produce such to un-arrange, as for calcium sulfonate, it is more desirable that it is the high basicity of 300 - 500 mgKOH/g.

[0018]

Furthermore, the grease constituent of claim 6 concerning this invention is characterized by having set 100ml / 100g or more, and primary particle size to less than 100nm, and setting specific surface area for the DBP oil absorption of said carbon black to more than 50m² / g in a grease constituent according to claim 1 to 5.

Although it is not limited, considering the thickening nature and the conductive grant capacity to a grease constituent, as for especially the class of carbon black used for the grease constituent of this invention, what is rich in oil absorption nature (that whose DBP oil absorption is 100ml / 100g or more) is desirable. Moreover, it is desirable that have oleophilic and specific surface area uses large (specific surface area by less than 100nm [Primary particle size] more than 50m² / g) carbon black. the DBP oil absorption of carbon black, primary particle size, and specific surface area -- the above -- there is a possibility that the thickening nature of a grease constituent and conductivity may become out of range inadequate. In addition, said specific surface area is the value measured for example, by the nitrogen adsorption process.

[0019]

Furthermore, in the grease constituent of claim 7 concerning this invention, in a grease constituent according to claim 1 to 6, said base oil contains the neopentyl mold polyol-ester oil, and it is characterized by the content being more than 80 mass % of the whole base oil.

Since base oil contains the neopentyl mold polyol-ester oil which has biodegradability in addition to thermal resistance and conductivity being excellent, such a grease constituent has the outstanding biodegradability. Therefore, even if a grease constituent leaks out from a machinery etc. and is emitted into natural environment, it is hard to have a bad influence on the natural environment of water quality, soil, etc.

[0020]

Since the biodegradability of a grease constituent falls that the content of a neopentyl mold polyol-ester oil is under 80 mass % of the whole base oil, it is not desirable. In order to make biodegradability of a grease constituent into more sufficient thing, it is more desirable to carry out the content of a neopentyl mold polyol-ester oil to more than 90 mass % of the whole base oil.

Furthermore, the grease constituent of claim 8 concerning this invention is characterized by making the content of said thickening agent into three to 20 mass [of the whole constituent] % in a grease constituent according to claim 7.

[0021]

It becomes difficult to maintain grease structure as a thickening agent is under 3 mass %, and since the content of a neopentyl mold polyol-ester oil decreases that it is an excess of 20 mass %, the biodegradability of a grease constituent falls.

Furthermore, the grease constituent of claim 9 concerning this invention is characterized by whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of the Europe specification advisory committee specification] being 80% or more in a grease constituent according to claim 7 or 8.

[0022]

Thus, if biodegradability is excellent, even if a grease constituent will leak out from a machinery etc. and will be emitted into natural environment, it is hard to have a bad influence on the natural environment of water quality, soil, etc.

In addition, especially the manufacture approach of the grease constituent of this invention is not limited. For example, the grease constituent which makes carbon black a thickening agent, and the grease constituent which makes a thickening agent either of the above-mentioned second thickening-agent components may be manufactured separately, and you may manufacture by mixing these. Or you may manufacture at one process by adding carbon black and the second thickening-agent component to base oil.

[0023]

Furthermore, the rolling equipment of claim 10 concerning this invention In the rolling equipment equipped with a way member, the method member of outside which has the orbital plane which counters the orbital plane of this inner direction member, and has been arranged outside the method member of said inside at the way, and two or more rolling elements arranged free [rolling] among said both orbital planes while it has an orbital plane outside It is characterized by filling up with a grease constituent according to claim 1 to 9 the opening circles in which it was formed between the method member of said inside, and the method member of said outside, and said rolling element was arranged.

[0024]

Furthermore, the rolling equipment of claim 11 concerning this invention is characterized by being anti-friction bearing used for business machines, such as a copying machine and a printer, in rolling equipment according to claim 10.

Furthermore, the rolling equipment of claim 12 concerning this invention is characterized by being anti-friction bearing used for automobile engine auxiliary machinery, such as anti-friction bearing used for automobile electric equipment articles, such as an AC dynamo and an electromagnetic clutch, or an idler pulley, in rolling equipment according to claim 10.

[0025]

Even if rolling equipment equipped with such a grease constituent is used under the severe conditions of an elevated temperature, a high speed, and the Takani pile while it has the outstanding conductivity, it is long lasting. Therefore, it is usable suitable for the rotation part and sliding part of a device which are used under an elevated temperature, a high speed, and the Takani pile conditions like automobile engine auxiliary machinery, such as automobile electric equipment articles, such as business machines, such as a copying machine and a printer, an AC dynamo, and an electromagnetic clutch, and an idler pulley.

[0026]

Moreover, since such rolling equipment has conductivity, static electricity cannot generate it easily. Therefore, when this rolling equipment is used for a copying machine, it is controlled that bad influences, such as distortion, arise on a copy screen by the radiated noise of static electricity. Moreover, since generating of the hydrogen from the moisture in rolling equipment is also controlled, it is also controlled that the steel which constitutes rolling equipment causes hydrogen embrittlement, and the exfoliation accompanied by a white organization arises.

[0027]

Furthermore, in rolling equipment equipped with the grease constituent which has biodegradability, even if this grease constituent leaks out from rolling equipment and is emitted into natural environment, it is hard to have a bad influence on the natural environment of water quality, soil, etc. This invention is applicable to various rolling equipments. For example, anti-friction bearing, a ball thread, linear guide equipment, direct-acting bearing, etc. are raised.

[0028]

in addition -- the case where rolling equipment is anti-friction bearing with the method member of said inside in this invention -- an inner ring of spiral wound gasket -- the same -- the case of a ball thread -- ****ing -- a shaft -- the same -- the case of linear guide equipment -- a guidance rail -- similarly in the case of direct-acting bearing, a shaft is meant, respectively. moreover -- the case where rolling equipment is anti-friction bearing with the method member of said outside -- an outer ring of spiral wound gasket -- the same -- the case of a ball thread -- a nut -- the same -- the case of linear guide equipment -- a slider, similarly in the case of direct-acting bearing, an outer case is meant, respectively.

[0029]

Below, each component which constitutes the grease constituent of this invention is explained.

[About calcium sulfonate complex]

Calcium sulfonate is used as an indispensable component and the calcium salt (calcium soap) chosen as this from lower-fatty-acid calcium salts, such as higher-fatty-acid calcium salts, such as the (a) calcium carbonate, (b) calcium dibehenate, calcium distearate, and calcium dihydroxy stearate, and (c) calcium acetate, (d) boric-acid calcium, etc. is combined with the calcium sulfonate complex used as a thickening agent in this invention.

[0030]

What used calcium sulfonate and a calcium carbonate as the indispensable component, and blended two or more sorts in calcium dibehenate, calcium distearate, calcium dihydroxy stearate, boric-acid calcium, and calcium acetate with these especially is desirable.

In addition, calcium sulfonate complex may make base oil distribute with carbon black what was compounded separately, and base oil may be made to distribute it by compounding in base oil. However, since it is easy to distribute a thickening agent in base oil good, when the direction of the latter approach manufactures industrially, it is advantageous.

[0031]

[About poly urea]

Although the poly urea used as a thickening agent with carbon black in this invention can use poly urea compounds, such as diurea, TORIUREA, and tetra-urea, its diurea especially expressed with the following general formula (I) is desirable.

[0032]

[Formula 1]



[0033]

In addition, R2 in a formula (I) The aromatic hydrocarbon radical of carbon numbers 6-15 is expressed. Moreover, R1 And R3 An aliphatic hydrocarbon radical, an aromatic hydrocarbon radical, or a

condensation hydrocarbon group is expressed, and it is R1. R3 It may be the same and you may differ. As for the carbon number of a condensation hydrocarbon group, 9-19 are desirable, and 9-13 are still more desirable. If the carbon number of these hydrocarbon groups is smaller than said lower limit, it will be hard to distribute a thickening agent to base oil, and will become easy to separate a thickening agent and base oil. On the other hand, the thickening agent with the larger carbon number of a hydrocarbon group than said upper limit is industrially unreal.

[0034]

Poly urea including such diurea may make base oil distribute what was compounded separately, and base oil may be made to distribute it by compounding in base oil. However, since it is easy to distribute a thickening agent in base oil good, when the direction of the latter approach manufactures industrially, it is advantageous.

Especially the synthetic approach in the case of compounding diurea in base oil is R2 although not limited. One mol of diisocyanate which has an aromatic hydrocarbon radical, R1, and R3 The approach to which two mols of monoamines which have a hydrocarbon group are made to react is the most desirable.

[0035]

As diisocyanate, diphenylmethane diisocyanate, tolylene diisocyanate, xylylene diisocyanate, biphenylene di-isocyanate, dimethyl diphenylene diisocyanate, or these alkyl group substitution products can be used suitably, for example.

Moreover, R1 and R3 As monoamine in the case of being an aliphatic hydrocarbon radical or an aromatic hydrocarbon radical For example An aniline, cyclohexylamine, an octyl amine, a toluidine, a dodecyl aniline, an octadecyl amine, hexylamine, a heptyl amine, a nonyl amine, an ethylhexyl amine, a DESHIRU amine, an undecyl amine, a dodecyl amine, tetradecylamine, A pentadecyl amine, a nona DESHIRU amine, an EIKODE sill amine, an oleyl amine, a linoleyl amine, a RINORE nil amine, a methylcyclohexyl amine, ethyl cyclohexylamine, dimethyl cyclohexylamine, diethyl cyclohexylamine, Butyl cyclohexylamine, propyl cyclohexylamine, amyl cyclohexylamine, a cyclo octyl amine, benzylamine, a benzhydryl amine, phenethylamine, a methylbenzyl amine, a biphenyl amine, phenyl isopropylamine, Phenyl hexylamine etc. can be used suitably.

[0036]

Furthermore, R1 and R3 As monoamine in the case of being a condensation hydrocarbon group For example, indene system amine compounds, such as an amino indene, an amino indan, and an amino-1-methylene indene, Aminonaphthalene (naphthylamine), aminomethyl naphthalene, aminoethyl naphthalene, An amino dimethylnaphtalene, amino cadalene, amino vinyl naphthalene, Aminophenyl naphthalene, amino benzyl naphthalene, amino dinaphthylamine, Amino binaphthyl, amino -1, 2-dihydronaphthalene, amino -1, 4-dihydronaphthalene, Naphthalene system amine compounds, such as an amino tetrahydronaphthalene and friend NOOKU thalline, Condensation 2 ring system amine compounds, such as amino pen TAREN, an amino azulene, and amino HEPUTAREN, Amino fluorene system amine compounds, such as an amino fluorene and an amino-9-phenyl fluorene, An amino anthracene, an aminomethyl anthracene, an amino dimethyl anthracene, Anthracene system amine compounds, such as an aminophenyl anthracene, amino -9, and 10-dihydroanthracene, An amino phenanthrene, amino -1, 7-dimethyl phenanthrene, Phenanthrene amine compounds, such as amino retene, amino biphenylene, Amino-sym-indacene, amino-as-indacene, an amino acenaphthylene, Condensation 3 ring system amine compounds, such as an amino acenaphthene and amino phenalene, An amino naphthacene, an amino chrysene, an amino pyrene, amino triphenylene, An amino benzoanthracene, amino Association of South-East Asian Nations tolylene, amino Association of South-East Asian Nations TOREN, Amino acephenanthrylene, a friend NOASE phenanthrene, amino fluoranthene, Condensation 4 ring system amine compounds, such as amino play ADEN, amino pentacene, Amino pen TAFEN, amino picene, amino perylene, amino dibenzanthracene, Condensed multi-ring system (six or more rings) amine compounds, such as condensation 5 ring system amine compounds, such as an amino benzopyrene and amino cholanthrene, amino coronene, amino pyran TOREN, an amino violanthrene, an amino isoviolanthrene, and friend no BAREN, etc. are used suitably.

[0037]

[About metal compound soap]

the aliphatic series monocarboxylic acid of the carbon numbers 12-24 which have the compound (for example, metal hydroxide) of the metal of the 1, 2, and 13 groups of the periodic table, and at least one hydroxyl as metal compound soap used as a thickening agent with carbon black in this invention, and the aliphatic series dicarboxylic acid of carbon numbers 2-12 -- since -- what is compounded is raised.

[0038]

As a metal, a lithium, sodium, barium, aluminum, etc. are raised, for example.

Moreover, as aliphatic series hydroxy monocarboxylic acid, 9-hydroxy stearin acid, 10-hydroxy stearin acid, 12-hydroxy stearin acid, 9, 10-dihydroxystearic acid, etc. are raised, for example. In this, 12-hydroxy stearin acid is the most desirable.

[0039]

Moreover, as aliphatic series dicarboxylic acid, for example, oxalic acid, a malonic acid, a succinic acid, a glutaric acid, an adipic acid, a pimelic acid, a suberic acid, an azelaic acid, a sebacic acid, dodecane diacid, etc. are raised, and an azelaic acid is the most desirable in this.

In addition, it is important for the quantitative ratio of aliphatic series hydroxy monocarboxylic acid and aliphatic series dicarboxylic acid to make aliphatic series dicarboxylic acid into 20 to 40 mass %, using both sum total as 100. This possibility that the thermal stability of a grease constituent may become out of range inadequate exists.

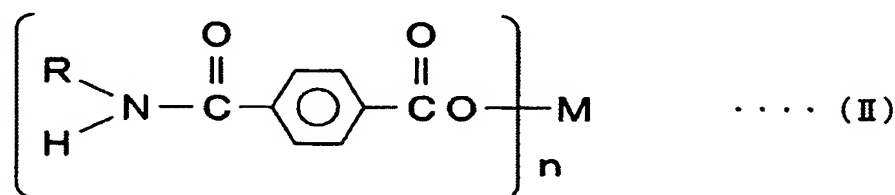
[0040]

[About N-permutation terephthalamide acid metal salt]

N-permutation terephthalamide acid metal salt used as a thickening agent with carbon black in this invention is expressed with the following general formula (II).

[0041]

[Formula 2]



[0042]

In addition, the substituent R combined with the nitrogen atom in a formula (II) is a univalent hydrocarbon group of saturation or partial saturation in the shape of a straight chain, branched-chain, or a ring type, M is a metal, and n is a number equal to a metal valence.

the case where Substituents R are the shape of a straight chain, and a branched-chain hydrocarbon group — the carbon number of a hydrocarbon group — 10–32, and the case where it is 12–22 preferably and is the hydrocarbon group of a ring type — the carbon number of a hydrocarbon group — 6–28 — it is 7–22 preferably. If the carbon number of a hydrocarbon group is smaller than said lower limit, it will be hard to distribute a thickening agent to base oil, and will become easy to separate a thickening agent and base oil. On the other hand, the thickening agent with the larger carbon number of a hydrocarbon group than said upper limit is industrially unreal.

[0043]

As an example of Substituent R, a decyl group, a tetradecyl radical, a hexadecyl radical, an octadecyl radical, a cyclohexyl radical, benzyl, a phenyl group, a tolyl group, a butylphenyl radical, etc. are raised. Moreover, as a metal M, the metal of the 1, 2, 12, and 13 groups of a periodic table, for example, a lithium, a potassium, sodium, magnesium, calcium, barium, zinc, aluminum, etc. are raised. Sodium, barium, a lithium, and a potassium are desirable especially, and sodium is the most realistic.

[0044]

Such an N-permutation terephthalamide acid metal salt may make base oil distribute what was compounded separately, and base oil may be made to distribute it by compounding in base oil. However, since it is easy to distribute a thickening agent in base oil good, when the direction of the latter approach manufactures industrially, it is advantageous.

[About base oil]

As base oil of the grease constituent of this invention, a mineral system lubricating oil and a synthetic lubricating oil can be used. Although especially the class is not restricted, as a mineral system lubricating oil, it can use paraffin series straight mineral oil, naphthene straight mineral oil, and those mixed oils, and can use a synthetic hydrocarbon oil, an ether oil, ester oil, a fluorine oil, etc. as a

synthetic lubricating oil.

[0045]

concrete — as a synthetic hydrocarbon oil — the Pori alpha olefin oil etc. — as an ether oil, as ester oil, a diester oil, neopentyl mold polyol-ester oils, these complex ester oil, aromatic series ester oil, etc. can be used, and a dialkyl diphenyl ether oil, an alkyl triphenyl ether oil, an alkyl tetra-phenyl ether oil, etc. can be used for a perfluoro ether oil, fluoro silicon oil, a chlorotrifluoroethylene oil, a fluoro FOSUFAZEN oil, etc. as a fluorine oil.

[0046]

These base oil may be used independently and may be used, combining two or more sorts suitably.

When the lubrication engine performance and life under an elevated temperature, a high speed, and the Takani pile are taken into consideration, it is desirable that the synthetic lubricating oil contains in base oil, and it is desirable that at least one sort of ester oil, an ether oil, and a fluorine oil contains especially.

[0047]

And as for the kinematic viscosity of base oil, in 40 degrees C, it is desirable that they are 10–600mm² / s (it sets at 100 degrees C and they are 1–60mm² / s). It is not suitable from an evaporation loss or a lubricative problem at under 10mm² / s. That is, if the viscosity of base oil is too low, formation of enough lubricating oil film to avoid metallic contact of an orbital plane and a rolling element during rotation of bearing in an elevated temperature will become difficult.

[0048]

Moreover, since the torque of the rolling equipment which filled up the grease constituent with 600mm² / excess of s becomes easy to go up, it is not desirable. Moreover, the fluidity in low temperature becomes inadequate, and in case said rolling equipment is started under low temperature, there is a possibility that an allophone may occur. Furthermore, there is a possibility that an oil film may become comparatively thick and an electric resistance value may become large.

In order to make such a trouble harder to produce, as for the kinematic viscosity of base oil, in 40 degrees C, it is more desirable that they are 20–500mm² / s (it sets at 100 degrees C and they are 3–40mm² / s).

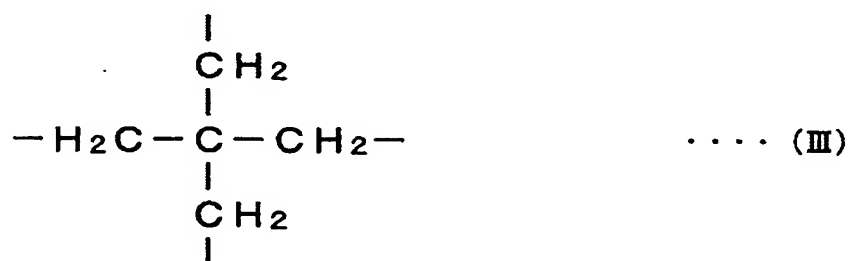
[0049]

On the other hand, biodegradability will be given to a grease constituent if ester oil contains in base oil. Although especially the class of ester oil is not limited, since oxidation stability is excellent, a neopentyl mold polyol-ester oil is desirable.

A neopentyl mold polyol ester is ester oil obtained by the reaction of the polyhydric alcohol (it is described as neopentyl mold polyol henceforth) and the organic acid which have neopentyl structure which is expressed with the following chemical formula (III).

[0050]

[Formula 3]



[0051]

As for the carbon number of neopentyl mold polyol, 5–12 are desirable, and 5–9 are more desirable. Moreover, as for the carbon number of an organic acid, 4–18 are desirable, and 6–12 are more desirable. When the carbon number of neopentyl mold polyol and an organic acid separates from the above-mentioned range, there is a possibility that the oxidation stability of a grease constituent may be spoiled.

As neopentyl mold polyol, they are 2,2-dimethyl propane -1 and 3-diol (), for example. Namely, neopentyl

glycol (it is described as NPG henceforth), the 2-ethyl-2-butyl propane -1, 3-diol, 2 and 2-diethyl propane -1, 3-diol, the 2-methyl-2-propyl propane -1, 3-diol, Trimethylolethane, trimethylol propane (it is described as TMP henceforth), TORIMECHI roll butane, a TORIMECHI roll hexane, a pen TAERISURURI toll (it is described as PE henceforth), etc. are raised. In this, NPG, the 2-methyl-2-propyl propane -1, 3-diol, and TMP and PE are desirable, and NPG, TMP, and especially PE are desirable. Such neopentyl mold polyols can be used combining independent or two sorts or more.

[0052]

As an organic acid, for example Moreover, n-butanoic acid, an isobutyric acid, n pentanoic acid, An isovaleric acid, n-hexanoic acid, 2-ethyl butanoic acid, an isohexane acid, Hexahydrobenzoic acid, n-oenanthic acid, iso oenanthic acid, methyl hexahydrobenzoic acid, N-octanoic acid, a dimethyl hexanoic acid, 2-ethylhexanoic acid, 2 and 4, 4-trimethyl pentanoic acid, An isooctane acid, 3,5,5-trimethylhexanoate, n nonoic acid, iso nonoic acid, an iso decanoic acid, iso undecanoic acid, 2-butyl octanoic acid, a tridecane acid, and a tetradecanoic acid -- it passes, a KISADEKAN acid, octadecanoic acid, etc. are raised, and n-oenanthic acid, iso oenanthic acid, n-octanoic acid, and 2-ethylhexanoic acid are desirable in this. These organic acids can be used combining independent or two sorts or more.

[0053]

When the example of a neopentyl mold polyol ester is given, furthermore, the diester compound of NPG and oenanthic acid, A diester compound with the mixture of the diester compound of NPG and 2-ethyl butanoic acid, NPG and a hexanoic acid, and oenanthic acid, The triester compound of TMP and pentanoic acid, the triester compound of TMP and a hexanoic acid, A triester compound with the mixture of TMP, butanoic acid, and octadecanoic acid, There is a tetra-ester compound with two or more sorts of mixture etc. among the organic acids of a triester compound with the mixture of TMP, a hexanoic acid, oenanthic acid, and an octanoic acid, the tetra-ester compound of PE and pentanoic acid, PE, the shape of a straight chain, and the branched-chain carbon numbers 4-8.

[0054]

Moreover, the neopentyl mold polyol ester obtained by the reaction of NPG, TMP and neopentyl mold polyols -1 other than PE, i.e., 2-methyl-2-propyl propane, 3-diol, 2, and 2-diethyl propane -1, 3-diol, trimethylolethane, a TORIMECHI roll hexane, etc. and the above-mentioned organic acid (independent or two or more sorts of mixture) is also usable,

[0055]

As an approach of compounding a neopentyl mold polyol ester from neopentyl mold polyol and an organic acid, the approach of common use learned from the former (the esterifying method), for example, the method of performing a dehydration condensation reaction under existence of an acid catalyst etc., can be used satisfactory.

[About an additive]

In the grease constituent of this invention, in order to raise various engine performance further, various additives may be mixed by request. for example, independent in additives generally used to a grease constituent, such as an antioxidant, a rusr-proofer, an extreme pressure agent, an oiliness improver, and a metal deactivator, -- or two or more sorts can be mixed and it can use.

[0056]

As an anti-oxidant, an amine system, a phenol system, a sulfur system, dithiophosphate zinc, etc. are raised, for example.

As an example of an amine system anti-oxidant, phenyl-1-naphthylamine, phenyl-2-naphthylamine, a diphenylamine, a phenylenediamine, an oleylamide amine, phenothiazin, etc. are raised.

[0057]

moreover, as an example of a phenolic antioxidant A p-t-butyl-phenyl SARISHI rate, 2, 6-G t-butyl-p-phenylphenol, 2 and 2'-methylenebis (4-methyl-6-t-octyl phenol), 4 and 4' - butylidenebis-6-t-butyl-m-cresol and tetrakis [methylene-3-(3', 5' - G t-butyl -4'-hydroxyphenyl) propionate] methane, 1, 3, 5-trimethyl -2, 4, 6-tris (3, 5-G t-butyl-4-hydroxybenzyl) benzene, n-octadecyl-beta-(4' - hydroxy-3', 5'-G t-buthylphenyl) propionate, 2-n-octylthio -4, 6-JI (4' - hydroxy-3', 5'-G t-butyl) phenoxy-1,3,5-triazine, Hindered phenols, such as a 4 and 4'-thio screw (6-t-butyl-m-cresol) and 2-(2'-hydroxy-3' -t-butyl -5'-methylphenyl)-5-chlorobenzo triazole, etc. are raised.

[0058]

As a rusr-proofer, ester is raised, for example. As an example of ester, alkyl ester, such as sorbitan ester, such as sorbitan monolaurate which is partial ester of a multi-base carboxylic acid and polyhydric alcohol, sorbitan tristearate, sorbitan monooleate, and sorbitan trioleate, and polyoxyethylene laurate, polyoxyethylene oleate, polyoxyethylene stearate, is raised.

[0059]

As an oiliness improver, phosphoric ester, such as amines, such as alcohol, such as fatty acids, such as oleic acid and stearin acid, lauryl alcohol, and oleyl alcohol, a stearyl amine, and a cetyl amine, and tricresyl phosphate, animal and vegetable oils, etc. are raised, for example.

Furthermore, extreme pressure agents, such as the Lynn system, dithiophosphate zinc, and organic molybdenum, metal deactivators, such as benzotriazol, etc. are used.

[0060]

In addition, although the addition of these additives is not limited especially if it is extent which does not spoil the purpose of this invention, it is usually 0.1 to 20 mass % to the whole grease constituent. Even if the addition effectiveness of an additive is scarce and adds exceeding 20 mass %, when improvement in the addition effectiveness cannot be desired, since the amount of base oil decreases relatively and there is a possibility that lubricity may fall, it is not desirable at under 0.1 mass %.

[0061]

[Embodiment of the Invention]

The gestalt of operation of the grease constituent concerning this invention and rolling equipment is explained to a detail, referring to a drawing.

A. The grease constituent using calcium sulfonate complex as the second thickening-agent component

[Example A1]

First, as it was the following, calcium sulfonate complex was compounded in base oil.

[0062]

The kinematic viscosity in 40 degrees C added high basicity calcium sulfonate 2g of base number 300 mgKOH/g to pentaerythritol tetra-ester 500g of 33.6mm² / s, and fully agitated at 50 degrees C to it. 0.04g of boric acids, 0.16g of acetic acids, 0.08g of behenic acid, 0.08g of stearin acid, 0.02g of water, and 1.4g of calcium hydroxides were added there, it heated at 80-95 degrees C, water was volatilized, and it removed. Furthermore, the carbon dioxide was introduced into this mixture and the calcium carbonate was made to generate. And the infrared-spectroscopic-analysis machine analyzed this mixture, and installation of a carbon dioxide was ended in the place where stabilization (calcite-izing) of a calcium carbonate was checked from the peak of 882-886cm⁻¹.

[0063]

Next, the mixture obtained by the above-mentioned actuation was cooled at 60 degrees C, and carbon black 76g and pentaerythritol tetra-ester 400g were added and agitated. After holding for 60 minutes at 100 degrees C, 10g of amine system antioxidants was added, mill processing and degassing processing were performed, and the grease constituent was obtained. The mass ratio of the carbon black and the calcium sulfonate complex which are the generated thickening agent was 95:5. Moreover, when whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of the Europe specification advisory committee specification (CEC) about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 95%.

[0064]

In addition, the specific surface area according [the DBP oil absorption according / the primary particle size of the used carbon black / to 30nm and dibutyl phthalate APUSOPU meter] to 350ml / 100g, and a nitrogen adsorption process is 800m² / g.

[Example A2]

Except changing the amount of the raw materials used, such as calcium sulfonate, by the same approach as an example A1, the grease constituent was manufactured so that the mass ratio of carbon black and calcium sulfonate complex might be set to 90:10. When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 93%.

[0065]

[Example A3]

Except changing the amount of the raw materials used, such as calcium sulfonate, by the same approach as an example A1, the grease constituent was manufactured so that the mass ratio of carbon black and calcium sulfonate complex might be set to 50:50. When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 80%.

[0066]

[Example A4]

Except changing the amount of the raw materials used, such as calcium sulfonate, by the same

approach as an example A1, the grease constituent was manufactured so that the mass ratio of carbon black and calcium sulfonate complex might be set to 10:90. When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 65%.

[0067]

[Example A5]

Except changing the amount of the raw materials used, such as calcium sulfonate, by the same approach as an example A1, the grease constituent was manufactured so that the mass ratio of carbon black and calcium sulfonate complex might be set to 5:95.

[The example A1 of a comparison]

The kinematic viscosity in 40 degrees C added carbon black 76g to pentaerythritol tetra-ester 500g of 33.6mm² / s, and fully agitated at 60 degrees C. Furthermore, after adding and agitating pentaerythritol tetra-ester 400g, it heated at 100 degrees C. And 10g of amine system antioxidants was added, mill processing and degassing processing were performed, and the grease constituent was obtained.

[0068]

[The example A2 of a comparison]

As it was the following, calcium sulfonate complex was compounded in base oil.

The kinematic viscosity in 40 degrees C added high basicity calcium sulfonate 180g of base number 300 mgKOH/g to pentaerythritol tetra-ester 500g of 33.6mm² / s, and fully agitated at 50 degrees C to it. 3.6g of boric acids, 14.4g of acetic acids, 7.2g of behenic acid, 7.2g of stearin acid, 1.8g of water, and 126g of calcium hydroxides were added there, it heated at 80-95 degrees C, water was volatilized, and it removed. Furthermore, the carbon dioxide was introduced into this mixture and the calcium carbonate was made to generate. And the infrared-spectroscopic-analysis machine analyzed this mixture, and installation of a carbon dioxide was ended in the place where stabilization (calcite-izing) of a calcium carbonate was checked from the peak of 882-886cm⁻¹.

[0069]

Next, the mixture obtained by the above-mentioned actuation was cooled at 60 degrees C, and pentaerythritol tetra-ester 130g was added and agitated. After holding for 60 minutes at 100 degrees C, 10g of amine system antioxidants was added, mill processing and degassing processing were performed, and the grease constituent was obtained.

[Example A3 of a comparison]

It is lithium soap system grease of a commercial item. In addition, base oil is the Pori alpha olefin oil.

[0070]

About these eight sorts of grease constituents (an example A1 - A5, and the example A1 of a comparison - A3), worked penetration, the dropping point, the rate of oil separation, and the rinsing water resistance were measured (based on JIS K2220). The result is combined with the presentation of a grease constituent, and is collectively shown in Table 1 and 2. In addition, the numeric value indicated by the column of "the class of thickening agent" of Table 1 and 2 is the quantitative ratio of each component which constitutes the thickening agent at the time of setting the whole thickening agent to 100. Moreover, the numeric value indicated by the column of "the amount of a thickening agent", "the amount of base oil", and "the amount of an additive" is the quantitative ratio of the thickening agent at the time of setting the whole grease constituent to 100, base oil, and an additive.

[0071]

[Table 1]

		実施例A1	実施例A2	実施例A3	実施例A4	実施例A5
増ちょう剤の種類 ¹⁾	カルシウム スルフォネート コンプレックス	5	10	50	90	95
	カーボンブラック	95	90	50	10	5
	リチウム石けん	—	—	—	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		8	10	20	30	40
基油の量 ¹⁾		91	89	79	69	59
添加剤の量 ¹⁾		1	1	1	1	1
混和ちょう度		280	270	250	280	260
滴点 (℃)		232	224	236	235	224
油分離率 ^{1) 2)}		0.2	0.3	0.3	0.3	0.3
水洗耐水度 ^{1) 3)}		1.8	1.9	2.0	2.1	2.0
防錆性		#5	#6	#7	#7	#7
導電性 (軸受抵抗値)		0.06	0.06	0.05	0.09	0.26
耐荷重性 (焼付き荷重)		1.5	2.1	2.3	2.8	2.6

1) 単位は質量%

2) 条件は100℃、24時間

3) 条件は79℃、1時間

[0072]

[Table 2]

		比較例A1	比較例A2	比較例A3
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	カルシウム スルフォネート コンプレックス	—	1 0 0	—
	カーボンブラック	1 0 0	—	—
	リチウム石けん	—	—	1 0 0
増ちょう剤の量 ¹⁾		8	3 5	1 0
基油の量 ¹⁾		9 1	6 4	8 9
添加剤の量 ¹⁾		1	1	1
混和ちょう度		2 8 0	2 6 0	2 6 5
滴点 (℃)		2 3 0	2 3 5	1 8 2
油分離率 ^{1) 2)}		0 . 3	0 . 3	0 . 1
水洗耐水度 ^{1) 3)}		1 . 8	2 . 1	1 . 8
防錆性		# 1	# 7	# 3
導電性 (軸受抵抗値)		0 . 0 5	1	1 . 2
耐荷重性 (焼付き荷重)		1	3 . 2	0 . 3

1) 単位は質量%

2) 条件は 1 0 0℃、2 4 時間

3) 条件は 7 9℃、1 時間

[0073]

Moreover, the load carrying capacity of these grease constituents, rust-proofing nature, and conductivity were evaluated collectively. The approach is explained below.

[About the evaluation approach of load carrying capacity]

The walk trial using the testing device specified to ASTM estimated. That is, it has arranged in the

shape of an equilateral triangle, and three trial balls (with the SUJ2 steel-manufacture ball for ball bearings, a diameter is 1/2 inch) were fixed so that it might touch mutually, and one trial ball was laid in the crevice formed in the core.

[0074]

And after applying to all trial balls the grease constituent which is a candidate for evaluation, the trial ball which laid the load where a load is carried out was rotated with a fixed rotational speed (4000min⁻¹). You set said load to 98 Ns, and it made it increase gradually at a rate of 392 Ns/m after that for [of rotation / initial] 1 minute. And it was burned, the load at the time of running torque going up rapidly was made into the load, and load carrying capacity was evaluated with this seizure load.

[0075]

The result is collectively shown in Table 1 and 2. In addition, the relative value at the time of setting the seizure load of the grease constituent of the example A1 of a comparison to 1 has shown the numeric value of the printing load indicated in Table 1 and 2.

Next, about the rust-proofing nature of a grease constituent, and conductivity, anti-friction bearing was filled up and it evaluated.

[0076]

[About the conductive evaluation approach]

The deep groove ball bearing filled up with the grease constituent of an example A1 - A5 and the example A1 of a comparison - A3, respectively was prepared. The configuration of this deep groove ball bearing is explained referring to drawing 1.

this deep groove ball bearing 21 (bearing-number 608ZZ, the bore of 8mm, the outer diameter of 22mm, width of face of 7mm) comes out with two or more balls 24 arranged free [rolling] between the outer ring of spiral wound gasket 22, the inner ring of spiral wound gasket 23, and an outer ring of spiral wound gasket 22 and an inner ring of spiral wound gasket 23, the cage 25 holding two or more balls 24, and the shielding 26 and 26 made from a steel plate attached in seal groove 22b of an outer ring of spiral wound gasket 22, and is constituted. Moreover, the bearing space surrounded with an outer ring of spiral wound gasket 22, an inner ring of spiral wound gasket 23, and shielding 26 and 26 is filled up with the grease constituent 27 of the specified quantity (for example, 50% of the bearing space volume), and it is sealed by the ball bearing 21 interior with shielding 26.

[0077]

Since the grease constituent 27 contains carbon black, while the lubrication of the contact surface of the orbital planes 22a and 23a of said both wheels 22 and 23 and a ball 24 is carried out with the grease constituent 27, the outer ring of spiral wound gasket 22, the inner ring of spiral wound gasket 23, and the ball 24 are a conductive state. Furthermore, the outer ring of spiral wound gasket 22 or the inner ring of spiral wound gasket 23 is grounded (not shown), and static electricity generated by rotation of a ball bearing 21 is removed. In addition, since shielding 26 is given to conductivity by the contact seal, then this seal made of conductive rubber, conductivity of a ball bearing 21 can be made more into fitness.

[0078]

The equipment which measures resistance was equipped with such a deep groove ball bearing. And the electric resistance value between the inside-and-outside rings under rotation (maximum) was measured. Here, the configuration of the equipment which measures resistance is explained, referring to the outline block diagram of drawing 2.

Among drawing 2, a sign 1 expresses the ball bearing of the measuring object, and by carrying out the rotation drive of the shank material 2 attached in the inner-ring-of-spiral-wound-gasket 1a by the motor 3, it is constituted so that bearing 1 may be rotated. And a predetermined constant voltage is impressed according to a constant voltage power supply 4 between the shank material 2 and outer-ring-of-spiral-wound-gasket 1b which are united with inner-ring-of-spiral-wound-gasket 1a.

[0079]

The resistance measurement equipment 5 connected to this constant voltage power supply 4 and juxtaposition outputs the measured electrical-potential-difference value (analog value) to the A/D-conversion circuit 6. The A/D-conversion circuit 6 is changed into digital value with the sampling period set up beforehand, and outputs the changed digital signal concerned to a processing unit 7. With this operation gestalt, the sampling period is set as 50kHz (sampling-time spacing = 0.02ms).

[0080]

A processing unit 7 is equipped with maximum resistance operation part 7A, threshold processing section 7B, and wave number count-area 7C. Maximum resistance operation part 7A calculates the

maximum resistance based on the inputted digital signal. Threshold processing section 7B performs threshold processing with a predetermined threshold about the inputted digital signal, and removes a noise. About the pulse count from threshold processing section 7B, by the increase and decrease of change of a pulse value with time, wave number count-area 7C counts the transaction count for every predetermined time basis, i.e., the wave number of a wavy mountain, and calculates the average of the wave number per the unit time amount. Moreover, a processing unit 7 outputs the calculated maximum resistance and the average of the wave number per unit time amount to a display 8. With this operation gestalt, the unit time amount which counts the above-mentioned wave number is set as 0.328 seconds. An indicating equipment 8 consists of displays etc. and displays the maximum resistance which the processing unit 7 calculated, and the average of the wave number per unit time amount.

[0081]

Next, the approach of the resistance evaluation of a ball bearing 1 which used the equipment of the above-mentioned configuration is explained.

Where it drove the motor 3 and the shank material 2, i.e., inner-ring-of-spiral-wound-gasket 1a, is rotated with predetermined rotational speed, a predetermined constant voltage is impressed from a constant voltage power supply 4 between inside-and-outside ring 1a of bearing 1, and 1b. Although a current flows between inside-and-outside ring 1a and 1b at this time, an electrical potential difference is changed by a spark etc. The electrical potential difference is measured with resistance measurement equipment 5, then it is changed into digital value, a processing unit 7 asks for the wave number per the maximum resistance and predetermined unit time amount based on the digital signal, and the value is displayed on a display 8 by the A/D-conversion circuit 6.

[0082]

A Measuring condition is shown below.

Inner-ring-of-spiral-wound-gasket rotational speed: 100min⁻¹

Radial road (Fr):19.6N given to bearing 1

Seal-of-approval electrical potential difference : 6.2V

Maximum current :100microA

Series resistance: 62kohm

Ambient temperature : 40 degrees C

Ambient atmosphere humidity : 50%RH

A conductive evaluation result is shown in Tables 1 and 2. In addition, the bearing resistance of a publication is shown in Tables 1 and 2 by the relative value at the time of setting the bearing resistance of the example A2 of a comparison to 1.

[0083]

[About the evaluation approach of rust-proofing nature]

the constant temperature adjusted to RH 80 degrees C and 90% where it filled up the opening circles of anti-friction bearing (bearing-number 6202VV, the bore of 15mm, the outer diameter of 35mm, width of face of 8mm) with 35% of grease constituent of the volume and the load of the 39.2 Ns of the axial bond precompression is carried out to them -- it put into the constant humidity chamber. in order to make anti-friction bearing produce dew condensation, without it heats anti-friction bearing beforehand in that case -- the condition of ordinary temperature -- constant temperature -- it put in in the constant humidity chamber. and constant temperature -- after putting on a constant humidity chamber gently for one month, the situation of the rust which disassembled anti-friction bearing and has been generated in the orbital plane was observed with the naked eye. And it evaluated to the following ranks.

[0084]

#7: With no generating of rust

#6: silverfish -- those minute of a ** with rust

#5: Those [with a diameter of 0.3mm or less] punctiform with rust

#4: Those [with a diameter of 1.0mm or less] with rust

#3: Those [with a diameter of 5.0mm or less] with rust

#2: Those [with a diameter of 10.0mm or less] with rust

#1: an orbital plane -- rust is mostly generated on the whole surface

In addition, #7-#5 were made good [rust-proofing nature], and #4-#1 was made into poor rust-proofing nature. An evaluation result is collectively shown in Table 1 and 2.

[0085]

Next, the evaluation result of the various above-mentioned engine performance is considered, referring to Table 1 and 2.

[About the evaluation result of load carrying capacity]

Since the grease constituent of an example A1 – A5 contained calcium sulfonate complex, it was burned compared with the example A1 of a comparison and example A3 of a comparison which do not contain it, and the load was large and load carrying capacity was excellent.

[0086]

[About a conductive evaluation result]

Since the grease constituent of an example A1 – A5 contained carbon black, compared with the example A2 of a comparison and example A3 of a comparison which do not contain it, the resistance of anti-friction bearing was small, and conductivity was excellent.

[About the evaluation result of rust-proofing nature]

Since the grease constituent of an example A1 – A5 contained calcium sulfonate complex, there was little generating of rust compared with the example A1 of a comparison and example A3 of a comparison which do not contain it, and rust-proofing nature was excellent.

[0087]

What graph-ized the result of evaluation of an example A1 – A5 and the rust-proofing nature of the grease constituent of the examples A1 and A2 of a comparison, load carrying capacity, and conductivity is shown in drawing 3 and drawing 4. The axis of abscissa of both graphs shows the rate of the calcium sulfonate complex in a thickening agent.

These graphs show that each of rust-proofing nature, load carrying capacity, and conductivity is excellent, when the rate of the calcium sulfonate complex in a thickening agent is five to 95 mass % (namely, the rate of carbon black 95 to 5 mass %).

[0088]

Moreover, what changed various contents of a thickening agent in the grease constituent of example A3 was prepared, and those worked penetration and biodegradability (whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC]) were evaluated. The result is shown in the graph of drawing 5. This graph shows that it is necessary to make the content of a thickening agent into five to 35 mass %, in order to make worked penetration proper (200–300). Since it is low torque and low raising dust, the rolling equipment with which worked penetration was filled up with the grease constituent of 200–300 is applicable suitable for information machines and equipment etc. In addition, although the upward arrow head is given to the plot in case the content of a thickening agent is 1 mass %, since there are too few contents of a thickening agent, this shows having not become grease-like.

[0089]

And in order to make biodegradability of a grease constituent good (whenever [biodegradation] is 80% or more), it turns out that it is necessary to make the content of a thickening agent below into 20 mass %. However, since it becomes difficult to maintain grease structure as mentioned above as the content of a thickening agent is under 3 mass %, it is necessary to make the content of a thickening agent into three to 20 mass %.

B. The grease constituent using poly urea as the second thickening-agent component

[Example B1]

First, as it was the following, diurea was compounded in base oil.

[0090]

After the kinematic viscosity in 40 degrees C added diphenylmethane -4 and 4'-diisocyanate 1.1g to pentaerythritol tetra-ester 150g of 33.6mm² / s, heated at 60 degrees C and made it dissolve completely, KISHIRU amine 0.95g and pentaerythritol tetra-ester 150g were added and agitated to cyclo. After holding for 60 minutes at 100 degrees C, it heated to 150 degrees C and the generation reaction of diurea was terminated.

[0091]

The mixture obtained by the above-mentioned actuation was cooled at 60 degrees C, and carbon black 38g and dialkyl diphenyl ether 140g were added and agitated. Furthermore, 10g of amine system antioxidants and 10g of sulfonate system rust-proofers were added, mill processing and degassing processing were performed, and the grease constituent was obtained. The mass ratio of the carbon black and diurea which are a thickening agent was 95:5.

[0092]

When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 89%.

[Example B-2]

The point of changing the amount of the raw material used of diurea etc., and kinematic viscosity [in /

in the kinematic viscosity in 40 degrees C / the pentaerythritol tetra-ester of 33.6mm² / s and 40 degrees C] are a mixed oil (a mixing ratio) with the Pori alpha olefin oil of 47.1mm² / s. a mass ratio -- pentaerythritol tetra-ester: -- if the point using Pori alpha olefin oil =80:20 as base oil was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and diurea is 90:10 was obtained like the example B1.

[0093]

When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 80%.

[Example B3]

If the point of changing the amount of the raw material used of diurea etc. was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and diurea is 50:50 was obtained like the example B1.

[0094]

When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 84%.

[Example B4]

If the point of changing the amount of the raw material used of diurea etc. was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and diurea is 10:90 was obtained like the example B1.

[0095]

It was 48% when whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured.

[Example B5]

If the point of changing the amount of the raw material used of diurea etc. was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and diurea is 5:95 was obtained like the example B1.

[0096]

[The example B1 of a comparison]

It is lithium soap system grease of a commercial item. In addition, base oil is paraffin series mineral oil.

[Example B-2 of a comparison]

The kinematic viscosity in 40 degrees C added carbon black 40g to 300g of paraffin series mineral oil of 75mm² / s, and fully agitated at 60 degrees C. Furthermore, after adding and agitating 153.5g of paraffin series mineral oil, it heated at 100 degrees C. And 2,6-di-t-butyl-p-cresol, phenyl-1-naphthylamine, and 2.5g of sorbitan mono-olate were added, respectively, mill processing and degassing processing were performed, and the grease constituent was obtained.

[0097]

[The example B3 of a comparison]

After the kinematic viscosity in 40 degrees C added diphenylmethane -4 and 4'-diisocyanate 40g to 200g of paraffin series mineral oil of 75mm² / s, heated at 60 degrees C and made it dissolve completely, KISHIRU amine 35g and 205g of paraffin series mineral oil were added and agitated to cyclo. After holding for 60 minutes at 100 degrees C, it heated to 150 degrees C and the generation reaction of diurea was terminated.

[0098]

10g of amine system antioxidants and 10g of sulfonate system rust-proofers were added to the mixture obtained by the above-mentioned actuation, mill processing and degassing processing were performed, and the grease constituent was obtained.

Worked penetration and the dropping point were measured about these eight sorts of grease constituents (an example B1 - B5, and examples B1-B3 of a comparison) (based on JIS K2220). The result is combined with the presentation of a grease constituent, and is collectively shown in Table 3 and 4. In addition, the numeric value indicated by the column of "the class of thickening agent" of Table 3 and 4 is the quantitative ratio of each component which constitutes the thickening agent at the time of setting the whole thickening agent to 100. Moreover, the numeric value indicated by the column of "the amount of a thickening agent", "the amount of base oil", and "the amount of an additive" is the quantitative ratio of the thickening agent at the time of setting the whole grease constituent to 100, base oil, and an additive.

[0099]

[Table 3]

		実施例B1	実施例B2	実施例B3	実施例B4	実施例B5
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	ジウレア	5	1 0	5 0	9 0	9 5
	カーボンブラック	9 5	9 0	5 0	1 0	5
	リチウム石けん	—	—	—	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		8	1 0	2 0	2 5	4 0
基油の量 ¹⁾		8 8	8 6	7 6	7 1	5 6
添加剤の量 ¹⁾		4	4	4	4	4
混和ちょう度		2 7 5	2 7 0	2 5 0	2 6 0	2 1 0
滴点 (℃)		2 6 0	2 6 0	2 6 0	2 6 0	2 6 0
導電性 (軸受抵抗値)		0 . 0 5	0 . 0 5	0 . 0 8	0 . 0 8	0 . 2 2
耐久性 (潤滑寿命)		2 . 1	2 . 7	3 . 4	3 . 0	2 . 3

1) 数値の単位は質量%

[0100]
[Table 4]

		比較例B1	比較例B2	比較例B3
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	ジウレア	—	—	1 0 0
	カーボンブラック	—	1 0 0	—
	リチウム石けん	1 0 0	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		1 0	8	1 5
基油の量 ¹⁾		8 9	9 0 . 5	8 1
添加剤の量 ¹⁾		1	1 . 5	4
混和ちょう度		2 6 5	2 8 0	2 8 0
滴点 (℃)		1 7 4	2 2 0	2 4 5
導電性 (軸受抵抗値)		1	0 . 0 3	1 . 4
耐久性 (潤滑寿命)		1	1 . 4	1 . 8

1) 数値の単位は質量%

[0101]

Moreover, the endurance (lubrication life) of these grease constituents and conductivity were evaluated collectively. The approach is explained below.

[About the evaluation approach of endurance]

The deep groove ball bearing (bearing-number 6306VV, the bore of 30mm, the outer diameter of 72mm, width of face of 19mm) filled up with 5g of grease constituents of an example B1 – B5, and the examples B1–B3 of a comparison, respectively was prepared.

[0102]

The testing machine similar to the bearing life testing machine of ASTM D 1741 as shown in drawing 6 was equipped with these deep groove ball bearings. And under the temperature of 120 degrees C, 690 Ns of radial loads, and 490 Ns of axial loads, it was made to rotate by the motor (not shown) with the rotational speed of 1000min⁻¹, and time amount until this motor stops in an overload, or time amount until the temperature of a deep groove ball bearing exceeds 130 degrees C was made into the life.

[0103]

The evaluation result of endurance is collectively shown in Table 3 and 4. In addition, the relative value at the time of setting the life of the grease constituent of the example B1 of a comparison to 1 has shown the numeric value of the life indicated in Table 3 and 4.

[About the conductive evaluation approach]

Conductive evaluation was performed completely like the above-mentioned. A conductive evaluation result is collectively shown in Table 3 and 4. In addition, the bearing resistance of a publication is shown in Table 3 and 4 by the relative value at the time of setting the bearing resistance of the example B1 of a comparison to 1.

[0104]

[About the evaluation result of endurance]

Since the grease constituent of an example B1 - B5 contained diurea, compared with the example B1 of a comparison and example B-2 of a comparison which do not contain it, it was long lasting, and had the endurance which was excellent under the elevated temperature.

[About a conductive evaluation result]

Since the grease constituent of an example B1 - B5 contained carbon black, compared with the example B1 of a comparison and the example B3 of a comparison which do not contain it, the resistance of anti-friction bearing was small, and conductivity was excellent.

[0105]

Next, the rate of the carbon black and diurea in a thickening agent was examined. That is, endurance (lubrication life) and conductivity (bearing resistance) were evaluated like the above-mentioned about the various grease constituents with which the rates of carbon black and diurea differ. In addition, the content of a thickening agent was unified into 18 mass % of the whole grease constituent. Moreover, the pentaerythritol tetra-ester whose kinematic viscosity in 40 degrees C is 33.6mm² / s was used for base oil.

[0106]

The result of evaluation is shown in the graph of drawing 7 . In addition, the relative value at the time of setting the above-mentioned lubrication life and above-mentioned bearing resistance of a grease constituent of the example B1 of a comparison to 1 has shown the numeric value of the lubrication life in this graph, and bearing resistance.

it turns out that the lubrication (namely, -- rate of diurea is 95 to 5 mass %) life is excellent in the rate of carbon black being five to 95 mass % from the graph of drawing 7 , and the lubrication life is further excellent in it being ten to 90 mass %. Moreover, it turns out that bearing resistance is low and conductivity is excellent in the rate of carbon black being more than 5 mass %.

[0107]

Next, the various grease constituents with which the contents of the thickening agent in a grease constituent differ were prepared, and whenever [biodegradation] (what was specified to L-33-T-82 of CEC) was evaluated. In addition, the rate of the carbon black and diurea in a thickening agent was unified into carbon black:diurea =50:50 (mass ratio). Moreover, the pentaerythritol tetra-ester whose kinematic viscosity in 40 degrees C is 33.6mm² / s was used for base oil.

[0108]

The result of evaluation of whenever [biodegradation] is shown in the graph of drawing 8 . It turns out that a grease constituent shows whenever [of / that the content of a thickening agent is below 20 mass % / 80% or more / outstanding biodegradation].

C. The grease constituent using metal compound soap as the second thickening-agent component

[Example C1]

First, as it was the following, metal compound soap was compounded in base oil.

[0109]

The kinematic viscosity in 40 degrees C added 1.4g of 12-hydroxy stearin acid to pentaerythritol tetra-ester 240g of 33.6mm² / s, heated at 90 degrees C, and made it dissolve completely. 0.2g of lithium-hydroxide water solutions was added 50%, it agitated there, and saponification reaction and dehydration were performed.

Furthermore, after agitating until it added 0.43g of azelaic acids and became homogeneity, 0.2g of lithium-hydroxide water solutions was added 50%, and it agitated. And it heated at 200 degrees C, the saponification reaction and dehydration of an azelaic acid were performed, and the generation reaction of metal compound soap was terminated.

[0110]

Thus, the obtained mixture was cooled at 60 degrees C, and carbon black 38g and pentaerythritol tetra-ester 200g were added. Then, 10g of amine system antioxidants and 10g of sulfonate system rust-proofers were added, mill processing and degassing processing were performed, and the grease constituent was obtained. The mass ratio of the carbon black and lithium compound soap which are a

thickening agent was 95:5.

[0111]

When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 93%.

[Example C2]

The point of changing the amount of the raw material used of lithium compound soap etc., and kinematic viscosity [in / in the kinematic viscosity in 40 degrees C / the pentaerythritol tetra-ester of 33.6mm² / s and 40 degrees C] are a mixed oil (a mixing ratio) with the Pori alpha olefin oil of 47.1mm² / s. a mass ratio — pentaerythritol tetra-ester: — if the point using Pori alpha olefin oil =80:20 as base oil was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and lithium compound soap is 90:10 was obtained like the example C1.

[0112]

When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 82%.

[Example C3]

If the point of changing the amount of the raw material used of lithium compound soap etc. was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and lithium compound soap is 50:50 was obtained like the example C1.

[0113]

When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 82%.

[Example C4]

If the point of changing the amount of the raw material used of lithium compound soap etc. was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and lithium compound soap is 10:90 was obtained like the example C1.

[0114]

It was 58% when whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured.

[Example C5]

If the point of changing the amount of the raw material used of lithium compound soap etc. was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and lithium compound soap is 5:95 was obtained like the example C1.

[0115]

[The example C1 of a comparison]

It is lithium soap system grease of the same commercial item as the above-mentioned example B1 of a comparison.

[The example C2 of a comparison]

It is the same as that of above-mentioned example B-2 of a comparison.

[The example C3 of a comparison]

The kinematic viscosity in 40 degrees C added 34.1g of 12-hydroxy stearin acid to 230g of paraffin series mineral oil of 75mm² / s, heated at 90 degrees C, and made it dissolve completely. 5.1g of lithium-hydroxide water solutions was added 50%, it agitated there, and saponification reaction and dehydration were performed.

[0116]

Furthermore, after agitating until it added 10.8g of azelaic acids and became homogeneity, 5.1g of lithium-hydroxide water solutions was added 50%, and it agitated. And it heated at 200 degrees C, the saponification reaction and dehydration of an azelaic acid were performed, and the generation reaction of metal compound soap was terminated.

Then, 200g of paraffin series mineral oil, 10g of amine system antioxidants, and 10g of sulfonate system rust-proofers were added, mill processing and degassing processing were performed, and the grease constituent was obtained.

[0117]

Worked penetration and the dropping point were measured about these eight sorts of grease constituents (examples C1-C5 and examples C1-C3 of a comparison) (based on JIS K2220). The result is combined with the presentation of a grease constituent, and is collectively shown in Table 5 and 6. In addition, the numeric value indicated by the column of "the class of thickening agent" of Table 5 and 6 is the quantitative ratio of each component which constitutes the thickening agent at the time of setting

the whole thickening agent to 100. Moreover, the numeric value indicated by the column of "the amount of a thickening agent", "the amount of base oil", and "the amount of an additive" is the quantitative ratio of the thickening agent at the time of setting the whole grease constituent to 100, base oil, and an additive.

[0118]

[Table 5]

		実施例C1	実施例C2	実施例C3	実施例C4	実施例C5
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	リチウム 複合石けん	5	10	50	90	95
	カーボンブラック	95	90	50	10	5
	リチウム石けん	—	—	—	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		8	10	20	25	40
基油の量 ¹⁾		88	86	76	71	56
添加剤の量 ¹⁾		4	4	4	4	4
混和ちょう度		250	260	285	250	220
滴点 (℃)		250	260	260	260	260
導電性 (軸受抵抗値)		0.03	0.04	0.07	0.09	0.16
耐久性 (潤滑寿命)		2.1	2.8	3.0	3.2	2.3

1) 数値の単位は質量%

[0119]

[Table 6]

		比較例C1	比較例C2	比較例C3
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	リチウム 複合石けん	—	—	1 0 0
	カーボンブラック	—	1 0 0	—
	リチウム石けん	1 0 0	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		1 0	8	1 0
基油の量 ¹⁾		8 9	9 0 . 5	8 6
添加剤の量 ¹⁾		1	1 . 5	4
混和ちょう度		2 6 5	2 8 0	2 9 0
滴点 (℃)		1 7 4	2 2 0	2 4 5
導電性 (軸受抵抗値)		1	0 . 0 3	1 . 3
耐久性 (潤滑寿命)		1	1 . 4	1 . 7

1) 数値の単位は質量%

[0120]

Moreover, the endurance (lubrication life) of these grease constituents and conductivity were evaluated collectively. Since the approach is the same as that of the above-mentioned, explanation is omitted. Endurance and a conductive evaluation result are collectively shown in Table 5 and 6. In addition, the relative value at the time of setting the life and bearing resistance of a grease constituent of the example C1 of a comparison to 1 has shown the numeric value and bearing resistance of a life which are indicated in Table 5 and 6.

[0121]

[About the evaluation result of endurance]

Since the grease constituent of examples C1-C5 contained lithium compound soap, compared with the example C1 of a comparison and the example C2 of a comparison which do not contain it, it was long lasting, and had the endurance which was excellent under the elevated temperature.

[About a conductive evaluation result]

Since the grease constituent of examples C1-C5 contained carbon black, compared with the example C1 of a comparison and the example C3 of a comparison which do not contain it, the resistance of anti-

friction bearing was small, and conductivity was excellent.

[0122]

Next, the rate of the carbon black and lithium compound soap in a thickening agent was examined. That is, endurance (lubrication life) and conductivity (bearing resistance) were evaluated like the above-mentioned about the various grease constituents with which the rates of carbon black and lithium compound soap differ. In addition, the content of a thickening agent was unified into 18 mass % of the whole grease constituent. Moreover, the pentaerythritol tetra-ester whose kinematic viscosity in 40 degrees C is 33.6mm² / s was used for base oil.

[0123]

The result of evaluation is shown in the graph of drawing 9. In addition, the relative value at the time of setting the above-mentioned lubrication life and above-mentioned bearing resistance of a grease constituent of the example C1 of a comparison to 1 has shown the numeric value of the lubrication life in this graph, and bearing resistance.

it turns out that the lubrication (namely, -- rate of lithium compound soap is 95 to 5 mass %) life is excellent in the rate of carbon black being five to 95 mass % from the graph of drawing 9, and the lubrication life is further excellent in it being ten to 90 mass %. Moreover, it turns out that bearing resistance is low and conductivity is excellent in the rate of carbon black being more than 5 mass %.

[0124]

Next, the various grease constituents with which the contents of the thickening agent in a grease constituent differ were prepared, and whenever [biodegradation] (what was specified to L-33-T-82 of CEC) was evaluated. In addition, the rate of the carbon black and lithium compound soap in a thickening agent was unified into carbon black:lithium compound soap =50:50 (mass ratio). Moreover, the pentaerythritol tetra-ester whose kinematic viscosity in 40 degrees C is 33.6mm² / s was used for base oil.

[0125]

The result of evaluation of whenever [biodegradation] is shown in the graph of drawing 10. It turns out that a grease constituent shows whenever [of / that the content of a thickening agent is below 20 mass % / 80% or more / outstanding biodegradation].

D. The grease constituent using N-permutation terephthalamide acid metal salt as the second thickening-agent component

[Example D1]

First, as it was the following, N-octadecyl terephthalamide acid metal salt was compounded in base oil.

[0126]

The kinematic viscosity in 40 degrees C added methyl ester 1.8g of N-octadecyl terephthalamide acid to pentaerythritol tetra-ester 150g of 33.6mm² / s, and heated and dissolved in 130 degrees C. Then, it cooled at 100 degrees C or less, and 0.4g of sodium-hydroxide water solutions was added 50%. And it heated gradually, agitating enough and saponification was performed. In 150 degrees C, pentaerythritol tetra-ester 150g was further added after saponification termination, and it heated to 200 degrees C.

[0127]

The mixture obtained by the above-mentioned actuation was cooled at 60 degrees C, and carbon black 38g and pentaerythritol tetra-ester 152.5g were added. Then, 2,6-di-t-butyl-p-cresol, phenyl-1-naphthylamine, and 2.5g of sorbitan mono-olate were added, respectively, mill processing and degassing processing were performed, and the grease constituent was obtained. The mass ratio of the carbon black and N-octadecyl terephthalamide acid sodium which are a thickening agent was 95:5.

[0128]

When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 95%.

[Example D2]

The point of changing the amount of the raw material used of N-octadecyl terephthalamide acid sodium etc., Kinematic viscosity [in / in the kinematic viscosity in 40 degrees C / the pentaerythritol tetra-ester of 33.6mm² / s and 40 degrees C] is a mixed oil (a mixing ratio) with the Pori alpha olefin oil of 47.1mm² / s. The point are a mass ratio and using pentaerythritol tetrapod ester:Pori alpha olefin oil =80:20 as base oil, ***** obtained the grease constituent whose mass ratio of carbon black and N-octadecyl terephthalamide acid sodium is 90:10 like the example D1.

[0129]

When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 84%.

[Example D3]

If the point of changing the amount of the raw material used of N-octadecyl terephthalamide acid sodium etc. was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and N-octadecyl terephthalamide acid sodium is 50:50 was obtained like the example D1.

[0130]

When whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured, it had the biodegradability excellent in 82%.

[Example D4]

If the point of changing the amount of the raw material used of N-octadecyl terephthalamide acid sodium etc. was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and N-octadecyl terephthalamide acid sodium is 10:90 was obtained like the example D1.

[0131]

It was 55% when whenever [biodegradation / which was specified to L-33-T-82 of CEC about this grease constituent] was measured.

[Example D5]

If the point of changing the amount of the raw material used of N-octadecyl terephthalamide acid sodium etc. was removed, the grease constituent whose mass ratio of carbon black and N-octadecyl terephthalamide acid sodium is 5:95 was obtained like the example D1.

[0132]

[The example D1 of a comparison]

It is lithium soap system grease of the same commercial item as the above-mentioned example B1 of a comparison.

[The example D2 of a comparison]

It is the same as that of above-mentioned example B-2 of a comparison.

[The example D3 of a comparison]

Methyl ester 157.5g of N-octadecyl terephthalamide acid was added, and the kinematic viscosity in 40 degrees C heated at 130 degrees C, and dissolved in 150g of paraffin series mineral oil of 75mm² / s. Then, it cooled at 100 degrees C or less, and 35g of sodium-hydroxide water solutions was added 50%. And it heated gradually, agitating enough and saponification was performed. In 150 degrees C, 150g of paraffin series mineral oil was further added after saponification termination, and it heated to 200 degrees C.

[0133]

Then, 2,6-di-t-butyl-p-cresol, phenyl-1-naphthylamine, and 2.5g of sorbitan mono-olate were added, respectively, mill processing and degassing processing were performed, and the grease constituent was obtained.

Worked penetration and the dropping point were measured about these eight sorts of grease constituents (examples D1-D5 and examples D1-D3 of a comparison) (based on JIS K2220). The result is combined with the presentation of a grease constituent, and is collectively shown in Table 7 and 8. In addition, the numeric value indicated by the column of "the class of thickening agent" of Table 7 and 8 is the quantitative ratio of each component which constitutes the thickening agent at the time of setting the whole thickening agent to 100. Moreover, the numeric value indicated by the column of "the amount of a thickening agent", "the amount of base oil", and "the amount of an additive" is the quantitative ratio of the thickening agent at the time of setting the whole grease constituent to 100, base oil, and an additive.

[0134]

[Table 7]

		実施例D1	実施例D2	実施例D3	実施例D4	実施例D5
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	N-オクタデシル テレフタルアミド 酸ナトリウム	5	10	50	90	95
	カーボンブラック	95	90	50	10	5
	リチウム石けん	—	—	—	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		8	10	20	25	40
基油の量 ¹⁾		90.5	88.5	78.5	73.5	58.5
添加剤の量 ¹⁾		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
混和ちょう度		265	270	260	270	225
滴点 (℃)		240	240	245	245	246
導電性 (軸受抵抗値)		0.04	0.06	0.07	0.08	0.18
耐久性 (潤滑寿命)		2.0	2.5	2.6	2.4	2.0

1) 数値の単位は質量%

[0135]

[Table 8]

		比較例D1	比較例D2	比較例D3
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	N-オクタデシル テレフタルアミド 酸ナトリウム	—	—	100
	カーボンブラック	—	100	—
	リチウム石けん	100	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		10	8	35
基油の量 ¹⁾		89	90.5	63.5
添加剤の量 ¹⁾		1	1.5	1.5
混和ちょう度		265	280	250
滴点 (℃)		174	220	215
導電性 (軸受抵抗値)		1	0.03	1.2
耐久性 (潤滑寿命)		1	1.4	1.5

1) 数値の単位は質量%

[0136]

Moreover, the endurance (lubrication life) of these grease constituents and conductivity were evaluated collectively. The approach is explained below.

[About the evaluation approach of endurance]

The deep groove ball bearing (bearing-number 6306VV, the bore of 30mm, the outer diameter of 72mm, width of face of 19mm) filled up with 5g of grease constituents of examples D1-D5 and the examples D1-D3 of a comparison, respectively was prepared.

[0137]

The testing machine similar to the bearing life testing machine of ASTM D 1741 as shown in drawing 6 was equipped with these deep groove ball bearings. And under the temperature of 90 degrees C, 690 Ns of radial loads, and 490 Ns of axial loads, it was made to rotate by the motor (not shown) with the rotational speed of 1000min⁻¹, and time amount until this motor stops in an overload, or time amount until the temperature of a deep groove ball bearing exceeds 100 degrees C was made into the life.

[0138]

The evaluation result of endurance is collectively shown in Table 7 and 8. In addition, the relative value at the time of setting the life of the grease constituent of the example D1 of a comparison to 1 has shown the numeric value of the life indicated in Table 7 and 8.

[About the conductive evaluation approach]

Conductive evaluation was performed completely like the above-mentioned. A conductive evaluation result is collectively shown in Table 7 and 8. In addition, the bearing resistance of a publication is shown in Table 7 and 8 by the relative value at the time of setting the bearing resistance of the example D1 of a comparison to 1.

[0139]

[About the evaluation result of endurance]

Since the grease constituent of examples D1-D5 contained N-octadecyl terephthalamide acid sodium, compared with the example D1 of a comparison and the example D2 of a comparison which do not contain it, it was long lasting, and had the endurance which was excellent under the elevated temperature.

[About a conductive evaluation result]

Since the grease constituent of examples D1-D5 contained carbon black, compared with the example D1 of a comparison and the example D3 of a comparison which do not contain it, the resistance of anti-friction bearing was small, and conductivity was excellent.

[0140]

Next, the rate of the carbon black and N-octadecyl terephthalamide acid sodium in a thickening agent was examined. That is, endurance (lubrication life) and conductivity (bearing resistance) were evaluated like the above-mentioned about the various grease constituents with which the rates of carbon black and N-octadecyl terephthalamide acid sodium differ. In addition, the content of a thickening agent was unified into 18 mass % of the whole grease constituent. Moreover, the pentaerythritol tetra-ester whose kinematic viscosity in 40 degrees C is 33.6mm² / s was used for base oil.

[0141]

The result of evaluation is shown in the graph of drawing 11 . In addition, the relative value at the time of setting the above-mentioned lubrication life and above-mentioned bearing resistance of a grease constituent of the example D1 of a comparison to 1 has shown the numeric value of the lubrication life in this graph, and bearing resistance.

it turns out that the lubrication (namely, -- rate of N-octadecyl terephthalamide acid sodium is 95 to 5 mass %) life is excellent in the rate of carbon black being five to 95 mass % from the graph of drawing 11 , and the lubrication life is further excellent in it being ten to 90 mass %. Moreover, it turns out that bearing resistance is low and conductivity is excellent in the rate of carbon black being more than 5 mass %.

[0142]

Next, the various grease constituents with which the contents of the thickening agent in a grease constituent differ were prepared, and whenever [biodegradation] (what was specified to L-33-T-82 of CEC) was evaluated. In addition, the rate of the carbon black and N-octadecyl terephthalamide acid sodium in a thickening agent was unified into carbon black:N-octadecyl terephthalamide acid sodium =50:50 (mass ratio). Moreover, the pentaerythritol tetra-ester whose kinematic viscosity in 40 degrees C is 33.6mm² / s was used for base oil.

[0143]

The result of evaluation of whenever [biodegradation] is shown in the graph of drawing 12 . It turns out that a grease constituent shows whenever [of / that the content of a thickening agent is below 20 mass % / 80% or more / outstanding biodegradation].

In addition, this operation gestalt shows an example of this invention, and this invention is not limited to this operation gestalt.

[0144]

For example, the class and amount of base oil and a thickening agent are not limited to the above-mentioned thing, and may add other additives further to a grease constituent.

Moreover, although the deep groove ball bearing was raised and explained as an example of rolling equipment in this operation gestalt, this invention is applicable to various anti-friction bearings of other classes. For example, it is anti-friction bearing of thrust forms, such as anti-friction bearing of radial forms, such as an angular contact ball bearing, a self-aligning ball bearing, a cylindrical roller bearing, circular-cone roller bearing, a needle bearing, and self-aligning roller bearing, and ball thrust bearing, a thrust roller bearing.

[0145]

Moreover, this invention can be applied to various rolling equipments of not only anti-friction bearing but other classes, when it is used under the severe conditions of an elevated temperature, a high speed, and the Takani pile and conductivity is required. For example, they are a ball thread, linear guide equipment, direct-acting bearing, etc.

[0146]

[Effect of the Invention]

As mentioned above, the grease constituent of claims 1-6 concerning this invention is excellent in thermal resistance and conductivity.

Moreover, in addition to excelling in thermal resistance and conductivity, the grease constituent of claims 7-9 concerning this invention has the outstanding biodegradability. Therefore, even if emitted to natural environment, it is hard to have a bad influence on water quality, soil, etc.

[0147]

Furthermore, even if the rolling equipment of claims 10-12 concerning this invention is used under the severe conditions of an elevated temperature, a high speed, and the Takani pile, is long lasting and is emitted to natural environment, it cannot have a bad influence on water quality, soil, etc. easily.

Therefore, it is usable suitable for a business machine, an automobile electric equipment article, automobile engine auxiliary machinery, etc.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is partial drawing of longitudinal section showing the structure of the deep groove ball bearing which is 1 operation gestalt of the rolling equipment concerning this invention.

[Drawing 2] It is the outline block diagram of the equipment which measures the resistance of bearing.

[Drawing 3] It is the graph of the calcium sulfonate complex in a thickening agent which shows the rust-proofing nature of a grease constituent and the bearing resistance of a ball bearing, and correlation of ** comparatively.

[Drawing 4] It is the graph of the calcium sulfonate complex in a thickening agent which shows the seizure load of a grease constituent and the bearing resistance of a ball bearing, and correlation of ** comparatively.

[Drawing 5] In the grease constituent which contains calcium sulfonate complex as a thickening agent, it is the graph which shows correlation of whenever [content / of a thickening agent /, worked-penetration / of a grease constituent /, and biodegradation], and **.

[Drawing 6] It is the sectional view showing the configuration of the bearing life testing machine by which the lubrication life of the bearing which enclosed the grease constituent is evaluated.

[Drawing 7] In the grease constituent which contains diurea as a thickening agent, it is the graph of the carbon black in a thickening agent which shows the lubrication life of a ball bearing and bearing resistance, and correlation of ** comparatively.

[Drawing 8] In the grease constituent which contains diurea as a thickening agent, it is the graph which shows correlation of whenever [content / of a thickening agent /, and biodegradation / of a grease constituent].

[Drawing 9] In the grease constituent which contains lithium compound soap as a thickening agent, it is the graph of the carbon black in a thickening agent which shows the lubrication life of a ball bearing and bearing resistance, and correlation of ** comparatively.

[Drawing 10] In the grease constituent which contains lithium compound soap as a thickening agent, it is the graph which shows correlation of whenever [content / of a thickening agent /, and biodegradation / of a grease constituent].

[Drawing 11] In the grease constituent which contains N-octadecyl terephthalamide acid sodium as a thickening agent, it is the graph of the carbon black in a thickening agent which shows the lubrication life of a ball bearing and bearing resistance, and correlation of ** comparatively.

[Drawing 12] In the grease constituent which contains N-octadecyl terephthalamide acid sodium as a thickening agent, it is the graph which shows correlation of whenever [content / of a thickening agent /, and biodegradation / of a grease constituent].

[Description of Notations]

21 Ball Bearing

22 Outer Ring of Spiral Wound Gasket

22a Outer-ring-of-spiral-wound-gasket orbital plane

23 Inner Ring of Spiral Wound Gasket

23a Inner-ring-of-spiral-wound-gasket orbital plane

24 Ball

27 Grease Constituent

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is partial drawing of longitudinal section showing the structure of the deep groove ball bearing which is 1 operation gestalt of the rolling equipment concerning this invention.

[Drawing 2] It is the outline block diagram of the equipment which measures the resistance of bearing.

[Drawing 3] It is the graph of the calcium sulfonate complex in a thickening agent which shows the rust-proofing nature of a grease constituent and the bearing resistance of a ball bearing, and correlation of ** comparatively.

[Drawing 4] It is the graph of the calcium sulfonate complex in a thickening agent which shows the seizure load of a grease constituent and the bearing resistance of a ball bearing, and correlation of ** comparatively.

[Drawing 5] In the grease constituent which contains calcium sulfonate complex as a thickening agent, it is the graph which shows correlation of whenever [content / of a thickening agent /, worked-penetration / of a grease constituent /, and biodegradation], and **.

[Drawing 6] It is the sectional view showing the configuration of the bearing life testing machine by which the lubrication life of the bearing which enclosed the grease constituent is evaluated.

[Drawing 7] In the grease constituent which contains diurea as a thickening agent, it is the graph of the carbon black in a thickening agent which shows the lubrication life of a ball bearing and bearing resistance, and correlation of ** comparatively.

[Drawing 8] In the grease constituent which contains diurea as a thickening agent, it is the graph which shows correlation of whenever [content / of a thickening agent /, and biodegradation / of a grease constituent].

[Drawing 9] In the grease constituent which contains lithium compound soap as a thickening agent, it is the graph of the carbon black in a thickening agent which shows the lubrication life of a ball bearing and bearing resistance, and correlation of ** comparatively.

[Drawing 10] In the grease constituent which contains lithium compound soap as a thickening agent, it is the graph which shows correlation of whenever [content / of a thickening agent /, and biodegradation / of a grease constituent].

[Drawing 11] In the grease constituent which contains N-octadecyl terephthalamide acid sodium as a thickening agent, it is the graph of the carbon black in a thickening agent which shows the lubrication life of a ball bearing and bearing resistance, and correlation of ** comparatively.

[Drawing 12] In the grease constituent which contains N-octadecyl terephthalamide acid sodium as a thickening agent, it is the graph which shows correlation of whenever [content / of a thickening agent /, and biodegradation / of a grease constituent].

[Description of Notations]

21 Ball Bearing

22 Outer Ring of Spiral Wound Gasket

22a Outer-ring-of-spiral-wound-gasket orbital plane

23 Inner Ring of Spiral Wound Gasket

23a Inner-ring-of-spiral-wound-gasket orbital plane

24 Ball

27 Grease Constituent

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-99847

(P2004-99847A)

(43) 公開日 平成16年4月2日(2004.4.2)

(51) Int. Cl.⁷

F I

テーマコード(参考)

C 1 O M 169/02

C 1 O M 169/02

3 J 1 0 1

C 1 O M 101/02

C 1 O M 101/02

4 H 1 0 4

C 1 O M 105/38

C 1 O M 105/38

5 H 6 0 5

C 1 O M 113/02

C 1 O M 113/02

C 1 O M 115/00

C 1 O M 115/00

審査請求 未請求 請求項の数 12 O L (全 35 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2002-293751 (P2002-293751)
 (22) 出願日 平成14年10月7日(2002.10.7)
 (31) 優先権主張番号 特願2002-206902 (P2002-206902)
 (32) 優先日 平成14年7月16日(2002.7.16)
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

(71) 出願人 000004204
 日本精工株式会社
 東京都品川区大崎1丁目6番3号
 (74) 代理人 100066980
 弁理士 森 哲也
 (74) 代理人 100075579
 弁理士 内藤 嘉昭
 (74) 代理人 100103850
 弁理士 崔 秀▲てつ▼
 (72) 発明者 外尾 道太
 神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号
 日本精工株式会社内
 (72) 発明者 中谷 真也
 神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号
 日本精工株式会社内
 最終頁に続く

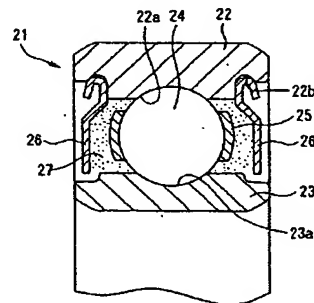
(54) 【発明の名称】 グリース組成物及び転動装置

(57) 【要約】

【課題】耐熱性、導電性、及び生分解性に優れたグリース組成物を提供する。また、導電性を有するとともに高温、高速、高荷重という厳しい条件下で使用されても長寿命で且つ自然環境に放出されたとしても水質、土壌等に悪影響を及ぼしにくい転動装置を提供する。

【解決手段】玉軸受21の空隙部内に、カーボンブラックと第二増ちょう剤成分(カルシウムスルフォネートコンプレックス、ポリウレア、金属複合石けん、又はN-置換テレフタルアミド酸金属塩)とを増ちょう剤として含有し、ネオペンチル型ポリオールエステル油を基油として含有するグリース組成物27を充填した。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基油と増ちょう剤とを含有するグリース組成物において、前記増ちょう剤をカーボンブラック及び第二増ちょう剤成分で構成し、前記第二増ちょう剤成分をカルシウムスルフォネートコンプレックス、ポリウレア、金属複合石けん、又はN-置換テレフタルアミド酸金属塩としたことを特徴とするグリース組成物。

【請求項 2】

前記増ちょう剤を、カーボンブラック 5～95 質量%と、前記第二増ちょう剤成分 95～5 質量%と、で構成したことを特徴とする請求項 1 に記載のグリース組成物。

【請求項 3】

前記増ちょう剤の含有量を組成物全体の 3～40 質量%としたことを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 に記載のグリース組成物。

【請求項 4】

前記カルシウムスルフォネートコンプレックスは、カルシウムスルフォネート及び炭酸カルシウムを必須成分とし、これらにカルシウムジベヘネート、カルシウムジステアレート、カルシウムジヒドロキシステアレート、ホウ酸カルシウム、及び酢酸カルシウムのうちの 2 種以上を配合したものであることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載のグリース組成物。

【請求項 5】

前記カルシウムスルフォネートの塩基価を 50～500 mg KOH/g としたことを特徴とする請求項 4 に記載のグリース組成物。

【請求項 6】

前記カーボンブラックのDBP吸油量を 100 ml/100 g 以上、1 次粒径を 100 nm 未満、比表面積を 50 m²/g 以上としたことを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載のグリース組成物。

【請求項 7】

前記基油はネオペンチル型ポリオールエステル油を含有しており、その含有量は基油全体の 80 質量%以上であることを特徴とする請求項 1～6 のいずれかに記載のグリース組成物。

【請求項 8】

前記増ちょう剤の含有量を組成物全体の 3～20 質量%としたことを特徴とする請求項 7 に記載のグリース組成物。

【請求項 9】

欧州規格諮問委員会規格の L-33-T-82 に規定された生分解度が 80% 以上であることを特徴とする請求項 7 又は請求項 8 に記載のグリース組成物。

【請求項 10】

外面に軌道面を有する内方部材と、該内方部材の軌道面に対向する軌道面を有し前記内方部材の外方に配置された外方部材と、前記両軌道面間に転動自在に配設された複数の転動体と、を備える転動装置において、前記内方部材と前記外方部材との間に形成され前記転動体が配設された空隙部内に、請求項 1～9 のいずれかに記載のグリース組成物を充填したことを特徴とする転動装置。

【請求項 11】

複写機、プリンタ等の事務機器に使用される転がり軸受であることを特徴とする請求項 10 に記載の転動装置。

【請求項 12】

オルタネータ、電磁クラッチ等の自動車電装部品に使用される転がり軸受又はアイドラブリー等の自動車エンジン補機に使用される転がり軸受であることを特徴とする請求項 10 に記載の転動装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、耐熱性及び導電性に優れたグリース組成物、並びに、耐熱性、導電性、及び生分解性に優れたグリース組成物に係り、特に、事務機器、自動車電装部品、及び自動車エンジン補機等の回転部位や摺動部位の潤滑に好適に使用可能なグリース組成物に関する。

【0002】

また、本発明は、高温、高速、高荷重という厳しい条件下で使用されても長寿命な転動装置、及び前記のような厳しい条件下で使用されても長寿命で且つ自然環境に放出されたとしても水質、土壌等に悪影響を及ぼしにくい転動装置に係り、特に、事務機器、自動車電装部品、及び自動車エンジン補機等に好適に使用可能な転がり軸受に関する。

【0003】

10

【従来の技術】

OA機器、特に複写機、プリンタ等においては、熱可塑性樹脂と着色剤からなる着色微粉末（トナー）を加熱溶融して圧力により紙面に定着させるため、ローラの軸心にはヒータが挿入されているので、このローラを回転可能に支持する転がり軸受の温度は140℃から機種によっては200℃前後に達する場合がある。したがって、このような転がり軸受には耐熱性の優れたグリースを使用する必要がある。

【0004】

また、転がり軸受の内外輪は潤滑剤の油膜によって絶縁状態となっているため、回転に伴って静電気が発生する。その放射ノイズは複写機の複写画面に歪み等の悪影響を及ぼすので、例えば特公昭63-24038号公報に記載されているように、導電性グリースを転がり軸受内に充填することにより内外輪間を導電状態とし、静電気を除去するという対策がとられている。

20

【0005】

一方、自動車（乗用車）は小型軽量化や居住空間の拡大が望まれていることから、エンジンルーム空間の縮小が余儀なくされており、そのためオルタネータ、電磁クラッチ等の自動車電装部品やアイドラプリー等の自動車エンジン補機の小型軽量化がより一層進められている。このことに加えて、静粛性の向上を目的としてエンジンルームの密閉化が進んでいるため、エンジンルーム内の高温化が促進されている。そのため、前記各部品には高温に耐える性質も必要とされてきている。

30

【0006】

また、前記各部品に使用されている転がり軸受においては、特開平11-72120号公報に記載されているように、軸受内の水分により水素が発生し、この水素が内輪、外輪、転動体を構成する軸受鋼中に侵入して水素脆性による白色組織を伴った剥離を引き起こす場合がある。潤滑剤の油膜により絶縁状態となっている内外輪間に、強振動等による金属接触のために直流電流が生じることによって、軸受内の水分からは容易に水素イオンが発生する。このような水素の発生及びそれによる白色組織を伴った剥離は、グリースに導電性を付与することによって著しく抑制することができる。

【0007】**【特許文献1】**

特開2002-80879号公報

40

【特許文献2】

特公昭63-24038号公報

【特許文献3】

特開平11-72120号公報

【特許文献4】

特開平5-86389号公報

【特許文献5】

特開平6-1989号公報

【特許文献6】

特開平8-20789号公報

50

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

例えばポリテトラフルオロエチレン（PTFE）を増ちょう剤としパーフルオロポリエーテル油（PFPE油）を基油としたフッ素系グリースは耐熱性が優れているので、このフッ素系グリースを充填した転がり軸受は180℃以上の高温環境でも使用可能である。よって、複写機、プリンタ等において使用される前述のような転がり軸受として適用可能である。

【0009】

しかしながら、上記のようなフッ素系グリースは、一般的なグリースに配合される添加剤を添加することが難しく、潤滑性、防錆性、及び金属腐食を防ぐ性能に劣る傾向があった。さらに、フッ素系グリースは、合成油系グリースに比べて5～20倍程度高価であるという問題点も有している。

一方、自動車電装部品や自動車エンジン補機において現在使用されている転がり軸受用のグリース組成物としては、合成油を基油としウレア化合物を増ちょう剤としたグリース組成物が主に使用されており、このウレア化合物－合成油系グリースは170～180℃までは優れた潤滑性を有する。しかしながら、200℃以上の高温下では、基油の蒸発やそれに伴うグリースの硬化、及び増ちょう剤の破壊によるグリースの軟化が生じるため、ウレア化合物－合成油系グリースを充填した転がり軸受は早期に焼付きを生じるおそれがあった。

【0010】

他方、前述の各グリースは各種機械装置に使用されるため、自然環境中に放出される場合も多く、そうすると水質、土壌等の自然環境に悪影響を及ぼすおそれがある。このような問題点を解決するため、基油としてポリオールエステル油や植物油を使用することにより生分解性を付与したグリースが、特開平5-86389号公報、特開平6-1989号公報、及び特開平8-20789号公報に提案されている。しかし、これら公報に記載のグリースは、酸化安定性が不十分であるという問題点を有していた。

【0011】

そこで、本発明は上記のような従来技術が有する問題点を解決し、耐熱性及び導電性に優れたグリース組成物、並びに、耐熱性、導電性、及び生分解性に優れたグリース組成物を提供することを課題とする。

また、本発明は、導電性を有するとともに高温、高速、高荷重という厳しい条件下で使用されても長寿命な転動装置、及び導電性を有するとともに前記のような厳しい条件下で使用されても長寿命で且つ自然環境に放出されたとしても水質、土壌等に悪影響を及ぼしにくい転動装置を提供することを併せて課題とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】

前記課題を解決するため、本発明は次のような構成からなる。すなわち、本発明に係る請求項1のグリース組成物は、基油と増ちょう剤とを含有するグリース組成物において、前記増ちょう剤をカーボンブラック及び第二増ちょう剤成分で構成し、前記第二増ちょう剤成分をカルシウムスルフォネートコンプレックス、ポリウレア、金属複合石けん、又はN-置換テレフタルアミド酸金属塩としたことを特徴とする。

【0013】

本発明のグリース組成物は、増ちょう剤としてカーボンブラックを含有しているので、優れた導電性を有している。また、第二増ちょう剤成分としてカルシウムスルフォネートコンプレックス、ポリウレア、金属複合石けん、又はN-置換テレフタルアミド酸金属塩を用いたので、耐熱性及び高温下における潤滑性が優れている。なお、第二増ちょう剤成分としてカルシウムスルフォネートコンプレックスを用いた場合は、グリース組成物に優れた防錆性も付与される。

【0014】

また、本発明に係る請求項2のグリース組成物は、請求項1に記載のグリース組成物にお

いて、前記増ちょう剤を、カーボンブラック 5～95 質量%と、前記第二増ちょう剤成分 95～5 質量%と、で構成したことを特徴とする。

第二増ちょう剤成分が 5 質量%未満であると（すなわち、カーボンブラックが 95 質量%超過であると）、耐熱性及び高温下における潤滑性が不十分となる（第二増ちょう剤成分がカルシウムスルフォネートコンプレックスである場合には、防錆性も併せて不十分となる）。一方、第二増ちょう剤成分が 95 質量%超過であるとカーボンブラックが 5 質量%未満となるので、導電性が不十分となる。このような不都合がより生じにくくするためには、カーボンブラック 10～90 質量%と第二増ちょう剤成分 90～10 質量%とで増ちょう剤を構成することがより好ましい。

【0015】

10

さらに、本発明に係る請求項 3 のグリース組成物は、請求項 1 又は請求項 2 に記載のグリース組成物において、前記増ちょう剤の含有量を組成物全体の 3～40 質量%としたことを特徴とする。

3 質量%未満であるとグリース構造を維持することが困難となり、40 質量%超過であると、基油の量が少なくなるため十分な潤滑性能が得られないおそれがある。

【0016】

さらに、本発明に係る請求項 4 のグリース組成物は、請求項 1～3 のいずれかに記載のグリース組成物において、前記カルシウムスルフォネートコンプレックスは、カルシウムスルフォネート及び炭酸カルシウムを必須成分とし、これらにカルシウムジベヘネート、カルシウムジステアレート、カルシウムジヒドロキシステアレート、ホウ酸カルシウム、及び酢酸カルシウムのうちの 2 種以上を配合したものであることを特徴とする。

20

【0017】

さらに、本発明に係る請求項 5 のグリース組成物は、請求項 4 に記載のグリース組成物において、前記カルシウムスルフォネートの塩基価を 50～500 mg KOH/g としたことを特徴とする。

塩基価が前記範囲外であると、増ちょう剤の増ちょう効果に不都合が生じるおそれがある。このような不都合がより生じにくくするためには、カルシウムスルフォネートは 300～500 mg KOH/g の高塩基性であることがより好ましい。

【0018】

さらに、本発明に係る請求項 6 のグリース組成物は、請求項 1～5 のいずれかに記載のグリース組成物において、前記カーボンブラックの DBP 吸油量を 100 ml/100 g 以上、1 次粒径を 100 nm 未満、比表面積を 50 m²/g 以上としたことを特徴とする

30

。本発明のグリース組成物に使用されるカーボンブラックの種類は特に限定されるものではないが、グリース組成物への増粘性及び導電性の付与能力を考えると、吸油性に富むもの（DBP 吸油量が 100 ml/100 g 以上であるもの）が好ましい。また、親油性を有し比表面積が大きい（1 次粒径が 100 nm 未満で、比表面積が 50 m²/g 以上）カーボンブラックを使用することが好ましい。カーボンブラックの DBP 吸油量、1 次粒径、及び比表面積が上記範囲外であると、グリース組成物の増粘性及び導電性が不十分となるおそれがある。なお、前記比表面積は、例えば窒素吸着法により測定された値である。

40

【0019】

さらに、本発明に係る請求項 7 のグリース組成物は、請求項 1～6 のいずれかに記載のグリース組成物において、前記基油はネオペンチル型ポリオールエステル油を含有しており、その含有量は基油全体の 80 質量%以上であることを特徴とする。

このようなグリース組成物は、耐熱性及び導電性が優れていることに加えて、基油が生分解性を有するネオペンチル型ポリオールエステル油を含有しているので、優れた生分解性を有している。したがって、グリース組成物が機械装置等から漏出するなどして自然環境中に放出されたとしても、水質、土壌等の自然環境に悪影響を及ぼしにくい。

【0020】

ネオペンチル型ポリオールエステル油の含有量が基油全体の 80 質量%未満であると、グ

50

リース組成物の生分解性が低下するので好ましくない。グリース組成物の生分解性をより十分なものとするためには、ネオペンチル型ポリオールエステル油の含有量を基油全体の90質量%以上とすることがより好ましい。

さらに、本発明に係る請求項8のグリース組成物は、請求項7に記載のグリース組成物において、前記増ちょう剤の含有量を組成物全体の3～20質量%としたことを特徴とする。

【0021】

増ちょう剤が3質量%未満であるとグリース構造を維持することが困難となり、20質量%超過であると、ネオペンチル型ポリオールエステル油の含有量が少なくなるのでグリース組成物の生分解性が低下する。

さらに、本発明に係る請求項9のグリース組成物は、請求項7又は請求項8に記載のグリース組成物において、欧州規格諮問委員会規格のL-33-T-82に規定された生分解度が80%以上であることを特徴とする。

【0022】

このように生分解性が優れていれば、グリース組成物が機械装置等から漏出するなどして自然環境中に放出されたとしても、水質、土壌等の自然環境に悪影響を及ぼしにくい。

なお、本発明のグリース組成物の製造方法は、特に限定されるものではない。例えば、カーボンブラックを増ちょう剤とするグリース組成物と、前述の第二増ちょう剤成分のうちのいずれかを増ちょう剤とするグリース組成物と、を別々に製造し、これらを混合することにより製造してもよい。あるいは、カーボンブラック及び第二増ちょう剤成分を基油に添加することによって、一工程で製造してもよい。

【0023】

さらに、本発明に係る請求項10の転動装置は、外面に軌道面を有する内方部材と、該内方部材の軌道面に対向する軌道面を有し前記内方部材の外方に配置された外方部材と、前記両軌道面間に転動自在に配設された複数の転動体と、を備える転動装置において、前記内方部材と前記外方部材との間に形成され前記転動体が配設された空隙部内に、請求項1～9のいずれかに記載のグリース組成物を充填したことを特徴とする。

【0024】

さらに、本発明に係る請求項11の転動装置は、請求項10に記載の転動装置において、複写機、プリンタ等の事務機器に使用される転がり軸受であることを特徴とする。

さらに、本発明に係る請求項12の転動装置は、請求項10に記載の転動装置において、オルタネータ、電磁クラッチ等の自動車電装部品に使用される転がり軸受又はアイドルプーリ等の自動車エンジン補機に使用される転がり軸受であることを特徴とする。

【0025】

このようなグリース組成物を備えた転動装置は、優れた導電性を有するとともに高温、高速、高荷重という厳しい条件下で使用されても長寿命である。よって、複写機、プリンタ等の事務機器、オルタネータ、電磁クラッチ等の自動車電装部品、アイドルプーリ等の自動車エンジン補機のように、高温、高速、高荷重条件下で使用される機器の回転部位や摺動部位に好適に使用可能である。

【0026】

また、このような転動装置は、導電性を有しているので静電気が発生しにくい。よって、この転動装置を複写機に使用した場合には、静電気の放射ノイズによって複写画面に歪み等の悪影響が生じることが抑制される。また、転動装置内の水分からの水素の発生も抑制されるので、転動装置を構成する鋼が水素脆性を起こして白色組織を伴った剥離が生じることも抑制される。

【0027】

さらに、生分解性を有するグリース組成物を備える転動装置においては、該グリース組成物が転動装置から漏出するなどして自然環境中に放出されたとしても、水質、土壌等の自然環境に悪影響を及ぼしにくい。

本発明は、種々の転動装置に適用することができる。例えば、転がり軸受、ボールねじ、

10

20

30

40

50

リニアガイド装置、直動ベアリング等があげられる。

【0028】

なお、本発明における前記内方部材とは、転動装置が転がり軸受の場合には内輪、同じくボールねじの場合にはねじ軸、同じくリニアガイド装置の場合には案内レール、同じく直動ベアリングの場合には軸をそれぞれ意味する。また、前記外方部材とは、転動装置が転がり軸受の場合には外輪、同じくボールねじの場合にはナット、同じくリニアガイド装置の場合にはスライダ、同じく直動ベアリングの場合には外筒をそれぞれ意味する。

【0029】

以下に、本発明のグリース組成物を構成する各成分について説明する。

〔カルシウムスルフォネートコンプレックスについて〕

本発明において増ちょう剤として使用されるカルシウムスルフォネートコンプレックスとは、カルシウムスルフォネートを必須成分とし、これに (a) 炭酸カルシウム、(b) カルシウムジベヘネート、カルシウムジステアレート、カルシウムジヒドロキシステアレート等の高級脂肪酸カルシウム塩、(c) 酢酸カルシウム等の低級脂肪酸カルシウム塩、(d) ホウ酸カルシウム、などから選択されるカルシウム塩 (カルシウム石けん) を組み合わせたものである。

【0030】

特に、カルシウムスルフォネート及び炭酸カルシウムを必須成分とし、これらにカルシウムジベヘネート、カルシウムジステアレート、カルシウムジヒドロキシステアレート、ホウ酸カルシウム、及び酢酸カルシウムのうちの2種以上を配合したものが好ましい。

なお、カルシウムスルフォネートコンプレックスは、別途合成したものをカーボンブラックとともに基油に分散させてもよいし、基油中で合成することによって基油に分散させてもよい。ただし、後者の方法の方が、基油中に増ちょう剤を良好に分散させやすいので、工業的に製造する場合には有利である。

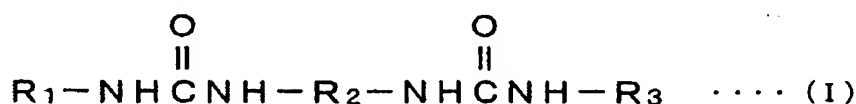
【0031】

〔ポリウレアについて〕

本発明においてカーボンブラックとともに増ちょう剤として使用されるポリウレアは、ジウレア、トリウレア、テトラウレア等のポリウレア化合物が使用できるが、特に、下記の一般式 (I) で表されるジウレアが好ましい。

【0032】

〔化1〕



【0033】

なお、式 (I) 中の R_2 は、炭素数 6 ~ 15 の芳香族炭化水素基を表す。また、 R_1 及び R_3 は脂肪族炭化水素基、芳香族炭化水素基、又は縮合炭化水素基を表し、 R_1 と R_3 は同一であってもよいし異なってもよい。縮合炭化水素基の炭素数は 9 ~ 19 が好ましく、9 ~ 13 がさらに好ましい。これらの炭化水素基の炭素数が前記下限値より小さいと、増ちょう剤が基油に分散しにくく、また、増ちょう剤と基油とが分離しやすくなる。一方、炭化水素基の炭素数が前記上限値より大きい増ちょう剤は、工業的に非現実的である。

【0034】

このようなジウレアをはじめとするポリウレアは、別途合成したものを基油に分散させてもよいし、基油中で合成することによって基油に分散させてもよい。ただし、後者の方法の方が、基油中に増ちょう剤を良好に分散させやすいので、工業的に製造する場合には有利である。

ジウレアを基油中で合成する場合の合成方法は、特に限定されるものではないが、 R_2 の芳香族炭化水素基を有するジイソシアネート1モルと、 R_1 、 R_3 の炭化水素基を有するモノアミン2モルとを、反応させる方法が最も好ましい。

【0035】

ジイソシアネートとしては、例えば、ジフェニルメタンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ビフェニレンジイソシアネート、ジメチルジフェニレンジイソシアネート、又はこれらのアルキル基置換体等を好適に使用できる。また、 R_1 、 R_3 が脂肪族炭化水素基又は芳香族炭化水素基である場合のモノアミンとしては、例えば、アニリン、シクロヘキシルアミン、オクチルアミン、トルイジン、ドデシルアニリン、オクタデシルアミン、ヘキシルアミン、ヘプチルアミン、ノニルアミン、エチルヘキシルアミン、デシルアミン、ウンデシルアミン、ドデシルアミン、テトラデシルアミン、ペンタデシルアミン、ノナデシルアミン、エイコデシルアミン、オレイルアミン、リノレイルアミン、リノレニルアミン、メチルシクロヘキシルアミン、エチルシクロヘキシルアミン、ジメチルシクロヘキシルアミン、ジエチルシクロヘキシルアミン、ブチルシクロヘキシルアミン、プロピルシクロヘキシルアミン、アミルシクロヘキシルアミン、シクロオクチルアミン、ベンジルアミン、ベンズヒドリルアミン、フェネチルアミン、メチルベンジルアミン、ビフェニルアミン、フェニルイソプロピルアミン、フェニルヘキシルアミン等を好適に使用できる。

【0036】

さらに、 R_1 、 R_3 が縮合炭化水素基である場合のモノアミンとしては、例えば、アミノインデン、アミノインダン、アミノ-1-メチレンインデン等のインデン系アミン化合物、アミノナフタレン（ナフチルアミン）、アミノメチルナフタレン、アミノエチルナフタレン、アミノジメチルナフタレン、アミノカダレン、アミノビニルナフタレン、アミノフェニルナフタレン、アミノベンジルナフタレン、アミノジナフチルアミン、アミノビナフチル、アミノ-1, 2-ジヒドロナフタレン、アミノ-1, 4-ジヒドロナフタレン、アミノテトラヒドロナフタレン、アミノオクタリン等のナフタレン系アミン化合物、アミノペンタレン、アミノアズレン、アミノヘプタレン等の縮合二環系アミン化合物、アミノフルオレン、アミノ-9-フェニルフルオレン等のアミノフルオレン系アミン化合物、アミノアントラセン、アミノメチルアントラセン、アミノジメチルアントラセン、アミノフェニルアントラセン、アミノ-9, 10-ジヒドロアントラセン等のアントラセン系アミン化合物、アミノフェナントレン、アミノ-1, 7-ジメチルフェナントレン、アミノレテン等のフェナントレンアミン化合物、アミノビフェニレン、アミノ-sym-インダセン、アミノ-as-インダセン、アミノアセナフチレン、アミノアセナフテン、アミノフェナレン等の縮合三環系アミン化合物、アミノナフタセン、アミノクリセン、アミノピレン、アミノトリフェニレン、アミノベンゾアントラセン、アミノアセアントリレン、アミノアセアントレン、アミノアセフェナントリレン、アミノアセフェナントレン、アミノフルオランテン、アミノプレイアデン等の縮合四環系アミン化合物、アミノペンタセン、アミノペンタフェン、アミノピセン、アミノペリレン、アミノジベンゾアントラセン、アミノベンゾピレン、アミノコラントレン等の縮合五環系アミン化合物、アミノコロネン、アミノピラントレン、アミノビオラントレン、アミノイソビオラントレン、アミノオバレン等の縮合多環系（六環以上）アミン化合物などが好適に用いられる。

【0037】

〔金属複合石けんについて〕

本発明においてカーボンブラックとともに増ちょう剤として使用される金属複合石けんとしては、周期律表の1, 2, 及び13族の金属の化合物（例えば、金属水酸化物）と、少なくとも1個のヒドロキシル基を有する炭素数12～24の脂肪族モノカルボン酸と、炭素数2～12の脂肪族ジカルボン酸と、から合成されるものがあげられる。

【0038】

金属としては、例えば、リチウム、ナトリウム、バリウム、アルミニウム等があげられる。

また、脂肪族ヒドロキシモノカルボン酸としては、例えば、9-ヒドロキシステアリン酸、10-ヒドロキシステアリン酸、12-ヒドロキシステアリン酸、9, 10-ジヒドロキシステアリン酸等があげられる。この中では、12-ヒドロキシステアリン酸が最も好ましい。

【0039】

また、脂肪族ジカルボン酸としては、例えば、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸等があげられ、この中ではアゼライン酸が最も好ましい。

なお、脂肪族ヒドロキシモノカルボン酸と脂肪族ジカルボン酸との量比は、両者の合計を100として脂肪族ジカルボン酸を20～40質量%とすることが重要である。この範囲外であると、グリース組成物の熱安定性が不十分となるおそれがある。

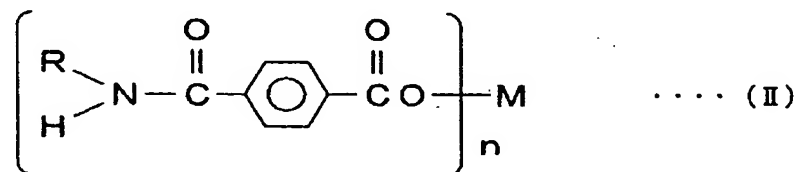
【0040】

〔N-置換テレフタルアミド酸金属塩について〕

本発明においてカーボンブラックとともに増ちょう剤として使用されるN-置換テレフタルアミド酸金属塩は、下記の一般式(II)で表される。

【0041】

〔化2〕



20

【0042】

なお、式(II)中の窒素原子に結合した置換基Rは、直鎖状、分岐鎖状、又は環式で飽和又は不飽和の1価の炭化水素基であり、Mは金属であり、nは金属の原子価に等しい数である。

置換基Rが直鎖状又は分岐鎖状の炭化水素基である場合は、炭化水素基の炭素数は10～32、好ましくは12～22であり、環式の炭化水素基である場合は、炭化水素基の炭素数は6～28、好ましくは7～22である。炭化水素基の炭素数が前記下限値より小さいと、増ちょう剤が基油に分散しにくく、また、増ちょう剤と基油とが分離しやすくなる。一方、炭化水素基の炭素数が前記上限値より大きい増ちょう剤は、工業的に非現実的である。

【0043】

置換基Rの例としては、デシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基、シクロヘキシル基、ベンジル基、フェニル基、トリル基、ブチルフェニル基等があげられる。また、金属Mとしては、周期律表の1, 2, 12, 及び13族の金属、例えば、リチウム、カリウム、ナトリウム、マグネシウム、カルシウム、バリウム、亜鉛、アルミニウム等があげられる。特に、ナトリウム、バリウム、リチウム、カリウムが好ましく、ナトリウムが最も現実的である。

【0044】

このようなN-置換テレフタルアミド酸金属塩は、別途合成したものを基油に分散させてもよいし、基油中で合成することによって基油に分散させてもよい。ただし、後者の方法の方が、基油中に増ちょう剤を良好に分散させやすいので、工業的に製造する場合には有利である。

〔基油について〕

本発明のグリース組成物の基油としては、鉱物系潤滑油や合成潤滑油を使用することができる。その種類は特に制限されるものではないが、鉱物系潤滑油としては、パラフィン系

50

鉱物油、ナフテン系鉱物油、及びそれらの混合油を使用でき、また、合成潤滑油としては、合成炭化水素油、エーテル油、エステル油、及びフッ素油等を使用できる。

【0045】

具体的には、合成炭化水素油としてはポリ α -オレフィン油等を、エーテル油としてはジアルキルジフェニルエーテル油、アルキルトリフェニルエーテル油、アルキルテトラフェニルエーテル油等を、エステル油としてはジエステル油、ネオペンチル型ポリオールエステル油、これらのコンプレックスエステル油、芳香族エステル油等を、フッ素油としてはパーフルオロエーテル油、フルオロシリコン油、クロロトリフルオロエチレン油、フルオロフォスファゼン油等を使用することができる。

【0046】

これらの基油は、単独で用いてもよいし、2種以上を適宜組み合わせて用いてもよい。高温、高速、高荷重下での潤滑性能及び寿命を考慮すると、基油には合成潤滑油が含有されていることが好ましく、特に、エステル油、エーテル油、及びフッ素油の少なくとも1種が含有されていることが好ましい。

【0047】

そして、基油の動粘度は40℃において $10 \sim 600 \text{ mm}^2/\text{s}$ (100℃においては $1 \sim 60 \text{ mm}^2/\text{s}$)であることが好ましい。 $10 \text{ mm}^2/\text{s}$ 未満では、蒸発損失や潤滑性の問題から適当ではない。すなわち、基油の粘度が低すぎると、高温において例えば軸受の回転中に軌道面と転動体との金属接触を避けるのに十分な潤滑油膜の形成が困難となる。

【0048】

また、 $600 \text{ mm}^2/\text{s}$ 超過では、グリース組成物を充填した転動装置のトルクが上昇しやすくなるため好ましくない。また、低温での流動性が不十分となって、前記転動装置を低温下で起動する際に異音が発生するおそれがある。さらに、油膜が比較的厚くなって電気抵抗値が大きくなるおそれがある。

このような問題点がより生じにくくするためには、基油の動粘度は40℃において $20 \sim 500 \text{ mm}^2/\text{s}$ (100℃においては $3 \sim 40 \text{ mm}^2/\text{s}$)であることがより好ましい。

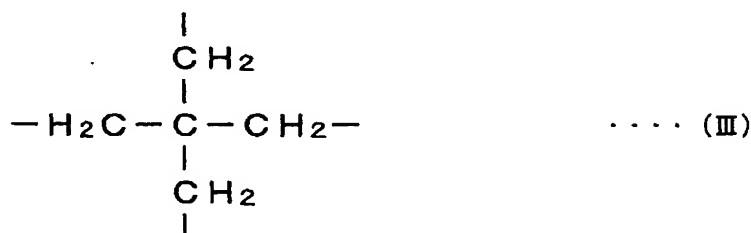
【0049】

一方、基油中にエステル油が含有されていると、グリース組成物に生分解性が付与される。エステル油の種類は特に限定されるものではないが、酸化安定性が優れていることからネオペンチル型ポリオールエステル油が好ましい。

ネオペンチル型ポリオールエステルとは、下記の化学式(III)で表されるようなネオペンチル構造を有する多価アルコール(以降は、ネオペンチル型ポリオールと記す)と有機酸との反応によって得られるエステル油である。

【0050】

【化3】



【0051】

ネオペンチル型ポリオールの炭素数は5～12が好ましく、5～9がより好ましい。また、有機酸の炭素数は4～18が好ましく、6～12がより好ましい。ネオペンチル型ポリ

オール及び有機酸の炭素数が上記範囲から外れると、グリース組成物の酸化安定性が損なわれるおそれがある。

ネオペンチル型ポリオールとしては、例えば、2, 2-ジメチルプロパン-1, 3-ジオール（すなわち、ネオペンチルグリコール（以降はNPGと記す））、2-エチル-2-ブチルプロパン-1, 3-ジオール、2, 2-ジエチルプロパン-1, 3-ジオール、2-メチル-2-プロピルプロパン-1, 3-ジオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン（以降はTMPと記す）、トリメチロールブタン、トリメチロールヘキサン、ペンタエリスリトール（以降はPEと記す）等があげられる。この中では、NPG、2-メチル-2-プロピルプロパン-1, 3-ジオール、TMP、PEが好ましく、NPG、TMP、PEが特に好ましい。これらのネオペンチル型ポリオールは、単独又は2種以上を組み合わせて用いることができる。

【0052】

また、有機酸としては、例えば、n-ブタン酸、イソ酪酸、n-ペンタン酸、イソ吉草酸、n-ヘキサン酸、2-エチルブタン酸、イソヘキサン酸、ヘキサヒドロ安息香酸、n-ヘプタン酸、イソヘプタン酸、メチルヘキサヒドロ安息香酸、n-オクタン酸、ジメチルヘキサン酸、2-エチルヘキサン酸、2, 4, 4-トリメチルペンタン酸、イソオクタン酸、3, 5, 5-トリメチルヘキサン酸、n-ノナン酸、イソノナン酸、イソデカン酸、イソウンデカン酸、2-ブチルオクタン酸、トリデカン酸、テトラデカン酸、ヘキサデカン酸、オクタデカン酸等があげられ、この中では、n-ヘプタン酸、イソヘプタン酸、n-オクタン酸、2-エチルヘキサン酸が好ましい。これらの有機酸は、単独又は2種以上を組み合わせて用いることができる。

【0053】

さらに、ネオペンチル型ポリオールエステル具体例をあげると、NPGとヘプタン酸とのジエステル化合物、NPGと2-エチルブタン酸とのジエステル化合物、NPGとヘキサン酸及びヘプタン酸の混合物とのジエステル化合物、TMPとペンタン酸とのトリエステル化合物、TMPとヘキサン酸とのトリエステル化合物、TMPとブタン酸及びオクタデカン酸の混合物とのトリエステル化合物、TMPとヘキサン酸、ヘプタン酸、及びオクタン酸の混合物とのトリエステル化合物、PEとペンタン酸とのテトラエステル化合物、PEと直鎖状又は分岐鎖状の炭素数4～8の有機酸のうち2種以上の混合物とのテトラエステル化合物等がある。

【0054】

また、NPG、TMP、PE以外のネオペンチル型ポリオール、すなわち、2-メチル-2-プロピルプロパン-1, 3-ジオール、2, 2-ジエチルプロパン-1, 3-ジオール、トリメチロールエタン、トリメチロールヘキサン等と、上記の有機酸（単独又は2種以上の混合物）との反応によって得られるネオペンチル型ポリオールエステルも使用可能である。

【0055】

ネオペンチル型ポリオールと有機酸とからネオペンチル型ポリオールエステルを合成する方法としては、従来から知られている慣用の方法（エステル化法）、例えば、酸性触媒の存在下で脱水縮合反応を行う方法等を問題なく用いることができる。

〔添加剤について〕

本発明のグリース組成物には、各種性能をさらに向上させるため、所望により種々の添加剤を混合してもよい。例えば、酸化防止剤、防錆剤、極圧剤、油性向上剤、金属不活性化剤など、グリース組成物に一般的に使用される添加剤を、単独又は2種以上混合して用いることができる。

【0056】

酸化防止剤としては、例えば、アミン系、フェノール系、硫黄系、ジチオリン酸亜鉛等があげられる。

アミン系酸化防止剤の具体例としては、フェニル-1-ナフチルアミン、フェニル-2-ナフチルアミン、ジフェニルアミン、フェニレンジアミン、オレイルアミドアミン、フェ

ノチアジン等があげられる。

【0057】

また、フェノール系酸化防止剤の具体例としては、p-tert-ブチルフェニルサリシレート、2, 6-ジ-tert-ブチル-p-フェニルフェノール、2, 2'-メチレンビス(4-メチル-6-tert-オクチルフェノール)、4, 4'-ブチリデンビス-6-tert-ブチル-m-クレゾール、テトラキス[メチレン-3-(3', 5'-ジ-tert-ブチル-4'-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタン、1, 3, 5-トリメチル-2, 4, 6-トリリス(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ベンゼン、n-オクタデシル- β -(4'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)プロピオネート、2-
n-オクチル-チオ-4, 6-ジ(4'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチル) 10
フェノキシ-1, 3, 5-トリアジン、4, 4'-チオビス(6-tert-ブチル-m-クレゾール)、2-(2'-ヒドロキシ-3'-tert-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール等のヒンダードフェノールなどがあげられる。

【0058】

防錆剤としては、例えば、エステル類等があげられる。エステル類の具体例としては、多塩基カルボン酸及び多価アルコールの部分エステルであるソルビタンモノラウレート、ソルビタントリステアレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタントリオレエート等のソルビタンエステル類や、ポリオキシエチレンラウレート、ポリオキシエチレンオレエート、ポリオキシエチレンステアレート等のアルキルエステル類などがあげられる。

【0059】

油性向上剤としては、例えば、オレイン酸、ステアリン酸等の脂肪酸、ラウリルアルコール、オレイルアルコール等のアルコール、ステアリルアミン、セチルアミン等のアミン、リン酸トリクレジル等のリン酸エステル、及び動植物油等があげられる。

さらに、リン系、ジチオリン酸亜鉛、有機モリブデン等の極圧剤や、ベンゾトリアゾール等の金属不活性化剤などが使用される。

【0060】

なお、これら添加剤の添加量は、本発明の目的を損なわない程度であれば特に限定されるものではないが、通常はグリース組成物全体に対して0.1~20質量%である。0.1質量%未満では添加剤の添加効果が乏しく、また、20質量%を超えて添加しても添加効果の向上が望めない上、基油の量が相対的に少なくなるため潤滑性が低下するおそれがあるので好ましくない。

【0061】

【発明の実施の形態】

本発明に係るグリース組成物及び転動装置の実施の形態を、図面を参照しながら詳細に説明する。

A. 第二増ちょう剤成分としてカルシウムスルフォネートコンプレックスを用いたグリース組成物について

【実施例A1】

まず、以下のようにして、基油中でカルシウムスルフォネートコンプレックスを合成した。

【0062】

40℃における動粘度が33.6mm²/sのペンタエリスリトールテトラエステル500gに、塩基価300mg KOH/gの高塩基性カルシウムスルフォネート2gを添加し、50℃にて十分に攪拌した。そこに、ホウ酸0.04g、酢酸0.16g、ベヘン酸0.08g、ステアリン酸0.08g、水0.02g、及び水酸化カルシウム1.4gを加え、80~95℃に加熱して水を揮発させて除去した。さらに、この混合物に二酸化炭素を導入して炭酸カルシウムを生成させた。そして、この混合物を赤外分光分析機で分析し、882~886cm⁻¹のピークから炭酸カルシウムの安定化(カルサイト化)が確認されたところで、二酸化炭素の導入を終了した。

【0063】

次に、上記の操作によって得られた混合物を60℃に冷却し、カーボンブラック76gとペンタエリスリトールテトラエステル400gを加え攪拌した。100℃で60分間保持した後、アミン系酸化防止剤10gを加え、ミル処理及び脱泡処理を行いグリース組成物を得た。生成した増ちょう剤であるカーボンブラックとカルシウムスルフォネートコンプレックスとの質量比は、95:5であった。また、このグリース組成物について、欧州規格諮問委員会規格(CEC)のL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ95%で、優れた生分解性を有していた。

【0064】

なお、使用したカーボンブラックの1次粒径は30nm、ジブチルフタレートアブソーブメータによるDBP吸油量は350ml/100g、窒素吸着法による比表面積は800¹⁰ m²/gである。

【実施例A2】

カルシウムスルフォネート等の原料の使用量を変える以外は実施例A1と同様の方法により、カーボンブラックとカルシウムスルフォネートコンプレックスとの質量比が90:10となるようにグリース組成物を製造した。このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ93%で、優れた生分解性を有していた。

【0065】

【実施例A3】

カルシウムスルフォネート等の原料の使用量を変える以外は実施例A1と同様の方法により、カーボンブラックとカルシウムスルフォネートコンプレックスとの質量比が50:50となるようにグリース組成物を製造した。このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ80%で、優れた生分解性を有していた。²⁰

【0066】

【実施例A4】

カルシウムスルフォネート等の原料の使用量を変える以外は実施例A1と同様の方法により、カーボンブラックとカルシウムスルフォネートコンプレックスとの質量比が10:90となるようにグリース組成物を製造した。このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ65%で、優れた生分解性を有していた。³⁰

【0067】

【実施例A5】

カルシウムスルフォネート等の原料の使用量を変える以外は実施例A1と同様の方法により、カーボンブラックとカルシウムスルフォネートコンプレックスとの質量比が5:95となるようにグリース組成物を製造した。

【比較例A1】

40℃における動粘度が33.6mm²/sのペンタエリスリトールテトラエステル500gにカーボンブラック76gを加え、60℃で十分に攪拌した。さらに、ペンタエリスリトールテトラエステル400gを加え攪拌した後、100℃に加熱した。そして、アミン系酸化防止剤10gを加え、ミル処理及び脱泡処理を行いグリース組成物を得た。⁴⁰

【0068】

【比較例A2】

以下のようにして、基油中でカルシウムスルフォネートコンプレックスを合成した。

40℃における動粘度が33.6mm²/sのペンタエリスリトールテトラエステル500gに、塩基価300mg KOH/gの高塩基性カルシウムスルフォネート180gを添加し、50℃にて十分に攪拌した。そこに、ホウ酸3.6g、酢酸14.4g、ベヘン酸7.2g、ステアリン酸7.2g、水1.8g、及び水酸化カルシウム126gを加え、80~95℃に加熱して水を揮発させて除去した。さらに、この混合物に二酸化炭素を導入して炭酸カルシウムを生成させた。そして、この混合物を赤外分光分析機で分析し、⁵⁰

882～886 cm^{-1} のピークから炭酸カルシウムの安定化（カルサイト化）が確認されたところで、二酸化炭素の導入を終了した。

【0069】

次に、上記の操作によって得られた混合物を60℃に冷却し、ペンタエリスリトールテトラエステル130gを加え攪拌した。100℃で60分間保持した後、アミン系酸化防止剤10gを加え、ミル処理及び脱泡処理を行いグリース組成物を得た。

【比較例A3】

市販品のリチウム石けん系グリースである。なお、基油はポリ α -オレフィン油である。

【0070】

これら8種のグリース組成物（実施例A1～A5及び比較例A1～A3）について、混和 10
ちょう度、滴点、油分離率、及び水洗耐水度を測定した（JIS K2220による）。
その結果をグリース組成物の組成と併せて表1及び表2にまとめて示す。なお、表1及び
表2の「増ちょう剤の種類」の欄に記載されている数値は、増ちょう剤全体を100とし
た場合における増ちょう剤を構成する各成分の量比である。また、「増ちょう剤の量」、
「基油の量」、及び「添加剤の量」の欄に記載されている数値は、グリース組成物全体を
100とした場合における増ちょう剤、基油、添加剤の量比である。

【0071】

【表1】

		実施例A1	実施例A2	実施例A3	実施例A4	実施例A5
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	カルシウム スルフォネート コンプレックス	5	10	50	90	95
	カーボンブラック	95	90	50	10	5
	リチウム石けん	—	—	—	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		8	10	20	30	40
基油の量 ¹⁾		91	89	79	69	59
添加剤の量 ¹⁾		1	1	1	1	1
混和ちょう度		280	270	250	280	260
滴点 (℃)		232	224	236	235	224
油分離率 ^{1) 2)}		0.2	0.3	0.3	0.3	0.3
水洗耐水度 ^{1) 3)}		1.8	1.9	2.0	2.1	2.0
防錆性		#5	#6	#7	#7	#7
導電性 (軸受抵抗値)		0.06	0.06	0.05	0.09	0.26
耐荷重性 (焼付き荷重)		1.5	2.1	2.3	2.8	2.6

1) 単位は質量%

2) 条件は100℃、24時間

3) 条件は79℃、1時間

【0072】

【表2】

		比較例A1	比較例A2	比較例A3
増ちょう剤の種類 ¹⁾	カルシウム スルフォネート コンプレックス	—	100	—
	カーボンブラック	100	—	—
	リチウム石けん	—	—	100
増ちょう剤の量 ¹⁾		8	35	10
基油の量 ¹⁾		91	64	89
添加剤の量 ¹⁾		1	1	1
混和ちょう度		280	260	265
滴点 (°C)		230	235	182
油分離率 ^{1) 2)}		0.3	0.3	0.1
水洗耐水度 ^{1) 3)}		1.8	2.1	1.8
防錆性		#1	#7	#3
導電性 (軸受抵抗値)		0.05	1	1.2
耐荷重性 (焼付き荷重)		1	3.2	0.3

1) 単位は質量%

2) 条件は100℃、24時間

3) 条件は79℃、1時間

【0073】

また、これらのグリース組成物の耐荷重性、防錆性、及び導電性を併せて評価した。以下にその方法を説明する。

〔耐荷重性の評価方法について〕

A S T Mに規定される試験装置を用いた四球試験により評価した。すなわち、3個の試験

10

20

30

40

50

球（玉軸受用の S U J 2 製鋼球で、直径は 1 / 2 インチである）を相互に接するように正三角形に配置して固定し、その中心に形成された凹部に 1 個の試験球を載置した。

【0074】

そして、評価対象であるグリース組成物をすべての試験球に塗布した後、荷重を負荷した状態で載置した試験球を一定の回転速度（ 4000min^{-1} ）で回転させた。前記荷重は、回転初期 1 分間は 98 N とし、その後は毎分 392 N の割合で徐々に増加させていった。そして、回転トルクが急激に上昇した時点の荷重を焼付き荷重とし、この焼付き荷重をもって耐荷重性を評価した。

【0075】

その結果を表 1 及び表 2 に併せて示す。なお、表 1 及び表 2 に記載されている焼付き荷重の数値は、比較例 A 1 のグリース組成物の焼付き荷重を 1 とした場合の相対値で示している。

次に、グリース組成物の防錆性及び導電性については、転がり軸受に充填して評価した。

【0076】

〔導電性の評価方法について〕

実施例 A 1 ~ A 5 及び比較例 A 1 ~ A 3 のグリース組成物をそれぞれ充填した深溝玉軸受を用意した。この深溝玉軸受の構成を、図 1 を参照しながら説明する。

この深溝玉軸受 2 1（呼び番号 608ZZ、内径 8 mm、外径 22 mm、幅 7 mm）は、外輪 2 2 と、内輪 2 3 と、外輪 2 2 と内輪 2 3 との間に転動自在に配設された複数の玉 2 4 と、複数の玉 2 4 を保持する保持器 2 5 と、外輪 2 2 のシールみぞ 2 2 b に取り付けられた鋼板製のシールド 2 6、2 6 と、で構成されている。また、外輪 2 2 と内輪 2 3 とシールド 2 6、2 6 とで囲まれた軸受空間には所定量（例えば、軸受空間容積の 50 %）のグリース組成物 2 7 が充填され、シールド 2 6 により玉軸受 2 1 内部に密封されている。

【0077】

グリース組成物 2 7 がカーボンブラックを含有しているので、グリース組成物 2 7 によって前記両輪 2 2、2 3 の軌道面 2 2 a、2 3 a と玉 2 4 との接触面が潤滑されるとともに、外輪 2 2 と内輪 2 3 と玉 2 4 とが導電状態となっている。さらに、外輪 2 2 又は内輪 2 3 が接地されていて（図示せず）、玉軸受 2 1 の回転により発生する静電気が除去されるようになっている。なお、シールド 2 6 を導電性ゴム製の接触シールとすれば、このシールに導電性が付与されるから、玉軸受 2 1 の導電性をより良好にすることができる。

【0078】

このような深溝玉軸受を、抵抗値を測定する装置に装着した。そして、回転中の内外輪間の電気抵抗値（最大値）を測定した。ここで、抵抗値を測定する装置の構成を、図 2 の概略構成図を参照しながら説明する。

図 2 中、符号 1 は測定対象の玉軸受を表し、その内輪 1 a に取付けられた軸部材 2 をモータ 3 で回転駆動することによって軸受 1 を回転するように構成されている。そして、内輪 1 a と一体となっている軸部材 2 と外輪 1 b との間に、定電圧電源 4 によって所定の定電圧が印加される。

【0079】

この定電圧電源 4 と並列に接続されている抵抗測定装置 5 は、測定した電圧値（アナログ値）を A / D 変換回路 6 に出力する。A / D 変換回路 6 は、予め設定されたサンプリング周期でデジタル値に変換し、当該変換したデジタル信号を演算処理装置 7 に出力する。本実施形態では、サンプリング周期を 50 kHz（サンプリング時間間隔 = 0.02 ms）に設定してある。

【0080】

演算処理装置 7 は、最大抵抗値演算部 7 A と、閾値処理部 7 B と、波数カウント部 7 C とを備える。最大抵抗値演算部 7 A は、入力したデジタル信号に基づき最大抵抗値を演算する。閾値処理部 7 B は、入力したデジタル信号について所定閾値で閾値処理を行い雑音を除去する。波数カウント部 7 C は、閾値処理部 7 B からのパルスカウントについて、経時的なパルス値の増減変化によって、所定時間単位毎の変動回数つまり波山の波数をカウン

トし、その単位時間当たりの波数の平均値を求める。また演算処理装置7は、求めた最大抵抗値及び単位時間当たりの波数の平均値を表示装置8に出力する。本実施形態では、上記波数をカウントする単位時間を0.328秒に設定してある。表示装置8は、ディスプレイなどから構成され、演算処理装置7が求めた最大抵抗値及び単位時間当たりの波数の平均値を表示する。

【0081】

次に、上記構成の装置を使用した、玉軸受1の抵抗値評価の方法について説明する。

モータ3を駆動して軸部材2つまり内輪1aを所定回転速度で回転させた状態で、定電圧電源4から軸受1の内外輪1a, 1b間に所定の定電圧を印加する。このとき、内外輪1a, 1b間に電流が流れるが、スパーク等によって電圧が変動する。その電圧が抵抗測定装置5で測定され、続いて、A/D変換回路6によってデジタル値に変換され、そのデジタル信号に基づいて、演算処理装置7が最大抵抗値及び所定単位時間当たりの波数を求め、その値が表示装置8に表示される。

【0082】

測定条件を以下に示す。

内輪回転速度：100 min^{-1}

軸受1に与えるラジアル荷重 (F_r) : 19.6 N

印可電圧 : 6.2 V

最大電流 : 100 μA

シリーズ抵抗 : 62 k Ω

雰囲気温度 : 40 $^{\circ}\text{C}$

雰囲気湿度 : 50% RH

導電性の評価結果を表1, 2に示す。なお、表1, 2に記載の軸受抵抗値は、比較例A2の軸受抵抗値を1とした場合の相対値で示してある。

【0083】

〔防錆性の評価方法について〕

転がり軸受（呼び番号6202VV, 内径15mm, 外径35mm, 幅8mm）の空隙部に、その容積の35%のグリース組成物を充填し、アキシャル予圧39.2Nを負荷した状態で、80 $^{\circ}\text{C}$, 90% RHに調整された恒温恒湿槽内に静置した。その際には、転がり軸受に結露を生じさせるために、転がり軸受を予熱することなく常温の状態で恒温恒湿槽内に入れた。そして、恒温恒湿槽に1ヶ月間静置した後、転がり軸受を分解して軌道面に発生している錆の状況を肉眼で観察した。そして、以下のようなランクに評価した。

【0084】

#7 : 錆の発生なし

#6 : シミ状の微小な錆あり

#5 : 直径0.3mm以下の点状の錆あり

#4 : 直径1.0mm以下の錆あり

#3 : 直径5.0mm以下の錆あり

#2 : 直径10.0mm以下の錆あり

#1 : 軌道面のほぼ全面に錆が発生

なお、#7～#5を防錆性良好とし、#4～#1を防錆性不良とした。評価結果を表1及び表2に併せて示す。

【0085】

次に、上記の各種性能の評価結果について、表1及び表2を参照しながら考察する。

〔耐荷重性の評価結果について〕

実施例A1～A5のグリース組成物はカルシウムスルフォネートコンプレックスを含有しているので、それを含有していない比較例A1や比較例A3と比べて焼付き荷重が大きく、耐荷重性が優れていた。

【0086】

〔導電性の評価結果について〕

実施例A 1～A 5のグリース組成物はカーボンブラックを含有しているので、それを含有していない比較例A 2や比較例A 3と比べて転がり軸受の抵抗値が小さく、導電性が優れていた。

〔防錆性の評価結果について〕

実施例A 1～A 5のグリース組成物はカルシウムスルフォネートコンプレックスを含有しているので、それを含有していない比較例A 1や比較例A 3と比べて錆の発生が少なく、防錆性が優れていた。

【0087】

実施例A 1～A 5及び比較例A 1, A 2のグリース組成物の防錆性、耐荷重性、導電性の評価の結果をグラフ化したものを、図3及び図4に示す。両グラフの横軸は、増ちょう剤 10
におけるカルシウムスルフォネートコンプレックスの割合を示している。

これらのグラフから、増ちょう剤におけるカルシウムスルフォネートコンプレックスの割合が5～95質量%の場合（すなわち、カーボンブラックの割合は95～5質量%）には、防錆性、耐荷重性、及び導電性がいずれも優れていることが分かる。

【0088】

また、実施例A 3のグリース組成物において増ちょう剤の含有量を種々変更したものを用意して、それらの混和ちょう度と生分解性（CECのL-33-T-82に規定された生分解度）とを評価した。その結果を図5のグラフに示す。

このグラフから、混和ちょう度を適正なもの（200～300）とするためには、増ちょう剤の含有量は5～35質量%とする必要があることが分かる。混和ちょう度が200～ 20
300のグリース組成物を充填した転動装置は、低トルク且つ低発塵であるため、情報機器等に好適に適用することができる。なお、増ちょう剤の含有量が1質量%の場合のプロットには、上向きの矢印を付してあるが、これは、増ちょう剤の含有量が少なすぎるため、グリース状とならなかったことを示している。

【0089】

そして、グリース組成物の生分解性を良好なもの（生分解度が80%以上）とするためには、増ちょう剤の含有量は20質量%以下とする必要があることが分かる。ただし、増ちょう剤の含有量が3質量%未満であると、前述のようにグリース構造を維持することが困難となるので、増ちょう剤の含有量は3～20質量%とする必要がある。

B. 第二増ちょう剤成分としてポリウレアを用いたグリース組成物について 30

〔実施例B 1〕

まず、以下のようにして、基油中でジウレアを合成した。

【0090】

40℃における動粘度が33.6 mm² /sのペンタエリスリトールテトラエステル150 gにジフェニルメタン-4, 4'-ジイソシアネート1.1 gを加えて、60℃に加熱して完全に溶解させた後、シクロヘキシルアミン0.95 gとペンタエリスリトールテトラエステル150 gを加え攪拌した。100℃で60分間保持した後、150℃まで加熱してジウレアの生成反応を終了させた。

【0091】

上記の操作によって得られた混合物を60℃に冷却し、カーボンブラック38 gとジアルキルジフェニルエーテル140 gを加え攪拌した。さらに、アミン系酸化防止剤10 g及びスルフォネート系防錆剤10 gを加え、ミル処理及び脱泡処理を行いグリース組成物を得た。増ちょう剤であるカーボンブラックとジウレアとの質量比は、95：5であった。 40

【0092】

このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ89%で、優れた生分解性を有していた。

〔実施例B 2〕

ジウレアの原料等の使用量を変える点と、40℃における動粘度が33.6 mm² /sのペンタエリスリトールテトラエステルと40℃における動粘度が47.1 mm² /sのポリα-オレフィン油との混合油（混合比は、質量比でペンタエリスリトールテトラエ 50

ステル：ポリ α -オレフィン油＝80：20）を基油として用いる点と、を除いては実施例B1と同様にして、カーボンブラックとジウレアとの質量比が90：10であるグリース組成物を得た。

【0093】

このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ80%で、優れた生分解性を有していた。

【実施例B3】

ジウレアの原料等の使用量を変える点を除いては実施例B1と同様にして、カーボンブラックとジウレアとの質量比が50：50であるグリース組成物を得た。

【0094】

このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ84%で、優れた生分解性を有していた。

【実施例B4】

ジウレアの原料等の使用量を変える点を除いては実施例B1と同様にして、カーボンブラックとジウレアとの質量比が10：90であるグリース組成物を得た。

【0095】

このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ48%であった。

【実施例B5】

ジウレアの原料等の使用量を変える点を除いては実施例B1と同様にして、カーボンブラックとジウレアとの質量比が5：95であるグリース組成物を得た。

【0096】

【比較例B1】

市販品のリチウム石けん系グリースである。なお、基油はパラフィン系鉱油である。

【比較例B2】

40℃における動粘度が75mm²/sのパラフィン系鉱油300gにカーボンブラック40gを加え、60℃で十分に攪拌した。さらに、パラフィン系鉱油153.5gを加え攪拌した後、100℃に加熱した。そして、2,6-ジ-*t*-ブチル-*p*-クレゾールとフェニル-1-ナフチルアミンとソルビタンモノオレートとをそれぞれ2.5g加え、ミル処理及び脱泡処理を行いグリース組成物を得た。

【0097】

【比較例B3】

40℃における動粘度が75mm²/sのパラフィン系鉱油200gにジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート40gを加えて、60℃に加熱して完全に溶解させた後、シクロヘキシルアミン35gとパラフィン系鉱油205gを加え攪拌した。100℃で60分間保持した後、150℃まで加熱してジウレアの生成反応を終了させた。

【0098】

上記の操作によって得られた混合物にアミン系酸化防止剤10g及びスルフォネート系防錆剤10gを加え、ミル処理及び脱泡処理を行いグリース組成物を得た。

これら8種のグリース組成物（実施例B1～B5及び比較例B1～B3）について、混和ちょう度及び滴点を測定した（JIS K2220による）。その結果をグリース組成物の組成と併せて表3及び表4にまとめて示す。なお、表3及び表4の「増ちょう剤の種類」の欄に記載されている数値は、増ちょう剤全体を100とした場合における増ちょう剤を構成する各成分の量比である。また、「増ちょう剤の量」，「基油の量」，及び「添加剤の量」の欄に記載されている数値は、グリース組成物全体を100とした場合における増ちょう剤，基油，添加剤の量比である。

【0099】

【表3】

		実施例B1	実施例B2	実施例B3	実施例B4	実施例B5
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	ジウレア	5	10	50	90	95
	カーボンブラック	95	90	50	10	5
	リチウム石けん	—	—	—	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		8	10	20	25	40
基油の量 ¹⁾		88	86	76	71	56
添加剤の量 ¹⁾		4	4	4	4	4
混和ちょう度		275	270	250	260	210
滴点(℃)		260	260	260	260	260
導電性(軸受抵抗値)		0.05	0.05	0.08	0.08	0.22
耐久性(潤滑寿命)		2.1	2.7	3.4	3.0	2.3

1) 数値の単位は質量%

【0100】

【表4】

		比較例B1	比較例B2	比較例B3
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	ジウレア	—	—	100
	カーボンブラック	—	100	—
	リチウム石けん	100	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		10	8	15
基油の量 ¹⁾		89	90.5	81
添加剤の量 ¹⁾		1	1.5	4
混和ちょう度		265	280	280
滴点(℃)		174	220	245
導電性(軸受抵抗値)		1	0.03	1.4
耐久性(潤滑寿命)		1	1.4	1.8

1) 数値の単位は質量%

【0101】

また、これらのグリース組成物の耐久性(潤滑寿命)及び導電性を併せて評価した。以下にその方法を説明する。

〔耐久性の評価方法について〕

実施例B1～B5及び比較例B1～B3のグリース組成物5gをそれぞれ充填した深溝玉軸受(呼び番号6306VV、内径30mm、外径72mm、幅19mm)を用意した。 40

【0102】

これらの深溝玉軸受を、図6に示すようなASTM D 1741の軸受寿命試験機に類似の試験機に装着した。そして、温度120℃、ラジアル荷重690N、アキシアル荷重490Nの下で、 1000min^{-1} の回転速度でモータ(図示せず)により回転させ、該モータが過負荷にて停止するまでの時間、又は深溝玉軸受の温度が130℃を超えるまでの時間を寿命とした。

【0103】

耐久性の評価結果を表3及び表4に併せて示す。なお、表3及び表4に記載されている寿命の数値は、比較例B1のグリース組成物の寿命を1とした場合の相対値で示してある。

〔導電性の評価方法について〕

10

20

30

50

導電性の評価は、前述と全く同様にして行った。導電性の評価結果を表3及び表4に併せて示す。なお、表3及び表4に記載の軸受抵抗値は、比較例B1の軸受抵抗値を1とした場合の相対値で示してある。

【0104】

〔耐久性の評価結果について〕

実施例B1～B5のグリース組成物はジウレアを含有しているので、それを含有していない比較例B1や比較例B2と比べて長寿命で、高温下においても優れた耐久性を有していた。

〔導電性の評価結果について〕

実施例B1～B5のグリース組成物はカーボンブラックを含有しているので、それを含有していない比較例B1や比較例B3と比べて転がり軸受の抵抗値が小さく、導電性が優れていた。

【0105】

次に、増ちょう剤におけるカーボンブラックとジウレアとの割合について検討した。すなわち、カーボンブラックとジウレアとの割合が異なる種々のグリース組成物について、耐久性（潤滑寿命）及び導電性（軸受抵抗値）を前述と同様にして評価した。なお、増ちょう剤の含有量は、グリース組成物全体の18質量%に統一した。また、基油には、40℃における動粘度が33.6 mm²/sであるペンタエリスリトールテトラエステルを用いた。

【0106】

評価の結果を図7のグラフに示す。なお、このグラフにおける潤滑寿命及び軸受抵抗値の数値は、前述の比較例B1のグリース組成物の潤滑寿命及び軸受抵抗値を1とした場合の相対値で示してある。

図7のグラフから、カーボンブラックの割合が5～95質量%であると（すなわち、ジウレアの割合が95～5質量%であると）潤滑寿命が優れており、10～90質量%であると潤滑寿命がさらに優れていることが分かる。また、カーボンブラックの割合が5質量%以上であると、軸受抵抗値が低く導電性が優れていることが分かる。

【0107】

次に、グリース組成物中の増ちょう剤の含有量が異なる種々のグリース組成物を用意して、その生分解度（CECのL-33-T-82に規定されたもの）を評価した。なお、増ちょう剤におけるカーボンブラックとジウレアとの割合は、カーボンブラック：ジウレア＝50：50（質量比）に統一した。また、基油には、40℃における動粘度が33.6 mm²/sであるペンタエリスリトールテトラエステルを用いた。

【0108】

生分解度の評価の結果を図8のグラフに示す。増ちょう剤の含有量が20質量%以下であると、グリース組成物は80%以上という優れた生分解度を示すことが分かる。

C. 第二増ちょう剤成分として金属複合石けんを用いたグリース組成物について

〔実施例C1〕

まず、以下のようにして、基油中で金属複合石けんを合成した。

【0109】

40℃における動粘度が33.6 mm²/sのペンタエリスリトールテトラエステル240 gに、12-ヒドロキシステアリン酸1.4 gを加え、90℃に加熱して完全に溶解させた。そこに、50%水酸化リチウム水溶液0.2 gを加えて攪拌し、けん化反応及び脱水を行った。

さらに、アゼライン酸0.43 gを加えて均一になるまで攪拌した後、50%水酸化リチウム水溶液0.2 gを加えて攪拌した。そして、200℃に加熱してアゼライン酸のけん化反応及び脱水を行い、金属複合石けんの生成反応を終了させた。

【0110】

このようにして得られた混合物を60℃に冷却し、カーボンブラック38 gとペンタエリスリトールテトラエステル200 gを加えた。その後、アミン系酸化防止剤10 g及びス

ルフォネート系防錆剤 10 g を加え、ミル処理及び脱泡処理を行いグリース組成物を得た。増ちょう剤であるカーボンブラックとリチウム複合石けんとの質量比は、95 : 5 であった。

【0111】

このグリース組成物について、CEC の L-33-T-82 に規定された生分解度を測定したところ 93 % で、優れた生分解性を有していた。

【実施例 C 2】

リチウム複合石けんの原料等の使用量を変える点と、40℃における動粘度が 33.6 mm²/s のペンタエリスリトールテトラエステルと 40℃における動粘度が 47.1 mm²/s のポリ α -オレフィン油との混合油（混合比は、質量比でペンタエリスリトールテトラエステル：ポリ α -オレフィン油 = 80 : 20）を基油として用いる点と、を除いては実施例 C 1 と同様にして、カーボンブラックとリチウム複合石けんとの質量比が 90 : 10 であるグリース組成物を得た。

【0112】

このグリース組成物について、CEC の L-33-T-82 に規定された生分解度を測定したところ 82 % で、優れた生分解性を有していた。

【実施例 C 3】

リチウム複合石けんの原料等の使用量を変える点を除いては実施例 C 1 と同様にして、カーボンブラックとリチウム複合石けんとの質量比が 50 : 50 であるグリース組成物を得た。

【0113】

このグリース組成物について、CEC の L-33-T-82 に規定された生分解度を測定したところ 82 % で、優れた生分解性を有していた。

【実施例 C 4】

リチウム複合石けんの原料等の使用量を変える点を除いては実施例 C 1 と同様にして、カーボンブラックとリチウム複合石けんとの質量比が 10 : 90 であるグリース組成物を得た。

【0114】

このグリース組成物について、CEC の L-33-T-82 に規定された生分解度を測定したところ 58 % であった。

【実施例 C 5】

リチウム複合石けんの原料等の使用量を変える点を除いては実施例 C 1 と同様にして、カーボンブラックとリチウム複合石けんとの質量比が 5 : 95 であるグリース組成物を得た。

【0115】

【比較例 C 1】

前述の比較例 B 1 と同様の市販品のリチウム石けん系グリースである。

【比較例 C 2】

前述の比較例 B 2 と同様のものである。

【比較例 C 3】

40℃における動粘度が 75 mm²/s のパラフィン系鉱油 230 g に 12-ヒドロキシステアリン酸 34.1 g を加え、90℃に加熱して完全に溶解させた。そこに、50% 水酸化リチウム水溶液 5.1 g を加えて攪拌し、けん化反応及び脱水を行った。

【0116】

さらに、アゼライン酸 10.8 g を加えて均一になるまで攪拌した後、50% 水酸化リチウム水溶液 5.1 g を加えて攪拌した。そして、200℃に加熱してアゼライン酸のけん化反応及び脱水を行い、金属複合石けんの生成反応を終了させた。

その後、パラフィン系鉱油 200 g、アミン系酸化防止剤 10 g、及びスルフォネート系防錆剤 10 g を加え、ミル処理及び脱泡処理を行いグリース組成物を得た。

【0117】

これら8種のグリース組成物（実施例C1～C5及び比較例C1～C3）について、混和ちょう度及び滴点を測定した（JIS K2220による）。その結果をグリース組成物の組成と併せて表5及び表6にまとめて示す。なお、表5及び表6の「増ちょう剤の種類」の欄に記載されている数値は、増ちょう剤全体を100とした場合における増ちょう剤を構成する各成分の量比である。また、「増ちょう剤の量」、「基油の量」、及び「添加剤の量」の欄に記載されている数値は、グリース組成物全体を100とした場合における増ちょう剤、基油、添加剤の量比である。

【0118】

【表5】

		実施例C1	実施例C2	実施例C3	実施例C4	実施例C5
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	リチウム 複合石けん	5	10	50	90	95
	カーボンブラック	95	90	50	10	5
	リチウム石けん	—	—	—	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		8	10	20	25	40
基油の量 ¹⁾		88	86	76	71	56
添加剤の量 ¹⁾		4	4	4	4	4
混和ちょう度		250	260	285	250	220
滴点（℃）		250	260	260	260	260
導電性（軸受抵抗値）		0.03	0.04	0.07	0.09	0.16
耐久性（潤滑寿命）		2.1	2.8	3.0	3.2	2.3

1) 数値の単位は質量%

【0119】

【表6】

		比較例C1	比較例C2	比較例C3
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	リチウム 複合石けん	—	—	100
	カーボンブラック	—	100	—
	リチウム石けん	100	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		10	8	10
基油の量 ¹⁾		89	90.5	86
添加剤の量 ¹⁾		1	1.5	4
混和ちょう度		265	280	290
滴点 (℃)		174	220	245
導電性 (軸受抵抗値)		1	0.03	1.3
耐久性 (潤滑寿命)		1	1.4	1.7

1) 数値の単位は質量%

【0120】

また、これらのグリース組成物の耐久性 (潤滑寿命) 及び導電性を併せて評価した。その方法は前述と同様であるので説明は省略する。

耐久性及び導電性の評価結果を表5及び表6に併せて示す。なお、表5及び表6に記載されている寿命の数値及び軸受抵抗値は、比較例C1のグリース組成物の寿命及び軸受抵抗値を1とした場合の相対値で示してある。

【0121】

〔耐久性の評価結果について〕

実施例C1～C5のグリース組成物はリチウム複合石けんを含有しているので、それを含有していない比較例C1や比較例C2と比べて長寿命で、高温下においても優れた耐久性を有していた。

〔導電性の評価結果について〕

実施例C1～C5のグリース組成物はカーボンブラックを含有しているので、それを含有していない比較例C1や比較例C3と比べて転がり軸受の抵抗値が小さく、導電性が優れ

10

20

30

40

50

ていた。

【0122】

次に、増ちょう剤におけるカーボンブラックとリチウム複合石けんとの割合について検討した。すなわち、カーボンブラックとリチウム複合石けんとの割合が異なる種々のグリース組成物について、耐久性（潤滑寿命）及び導電性（軸受抵抗値）を前述と同様にして評価した。なお、増ちょう剤の含有量は、グリース組成物全体の18質量%に統一した。また、基油には、40℃における動粘度が33.6 mm²/sであるペンタエリスリトールテトラエステルを用いた。

【0123】

評価の結果を図9のグラフに示す。なお、このグラフにおける潤滑寿命及び軸受抵抗値の数値は、前述の比較例C1のグリース組成物の潤滑寿命及び軸受抵抗値を1とした場合の相対値で示してある。

図9のグラフから、カーボンブラックの割合が5～95質量%であると（すなわち、リチウム複合石けんの割合が95～5質量%であると）潤滑寿命が優れており、10～90質量%であると潤滑寿命がさらに優れていることが分かる。また、カーボンブラックの割合が5質量%以上であると、軸受抵抗値が低く導電性が優れていることが分かる。

【0124】

次に、グリース組成物中の増ちょう剤の含有量が異なる種々のグリース組成物を用意して、その生分解度（CECのL-33-T-82に規定されたもの）を評価した。なお、増ちょう剤におけるカーボンブラックとリチウム複合石けんとの割合は、カーボンブラック：リチウム複合石けん=50：50（質量比）に統一した。また、基油には、40℃における動粘度が33.6 mm²/sであるペンタエリスリトールテトラエステルを用いた。

【0125】

生分解度の評価の結果を図10のグラフに示す。増ちょう剤の含有量が20質量%以下であると、グリース組成物は80%以上という優れた生分解度を示すことが分かる。

D. 第二増ちょう剤成分としてN-置換テレフタルアミド酸金属塩を用いたグリース組成物について

〔実施例D1〕

まず、以下のようにして、基油中でN-オクタデシルテレフタルアミド酸金属塩を合成した。

【0126】

40℃における動粘度が33.6 mm²/sのペンタエリスリトールテトラエステル150 gに、N-オクタデシルテレフタルアミド酸のメチルエステル1.8 gを加え、130℃に加熱して溶解した。その後、100℃以下に冷却し、50%水酸化ナトリウム水溶液0.4 gを加えた。そして、十分攪拌しながら徐々に加熱し、けん化を行った。けん化終了後、150℃においてさらにペンタエリスリトールテトラエステル150 gを加え、200℃まで加熱した。

【0127】

上記の操作によって得られた混合物を60℃に冷却し、カーボンブラック38 gとペンタエリスリトールテトラエステル152.5 gを加えた。その後、2,6-ジ-*n*-ブチル-*p*-クレゾールとフェニル-1-ナフチルアミンとソルビタンモノオレートとをそれぞれ2.5 g加え、ミル処理及び脱泡処理を行いグリース組成物を得た。増ちょう剤であるカーボンブラックとN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムとの質量比は、95：5であった。

【0128】

このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ95%で、優れた生分解性を有していた。

〔実施例D2〕

N-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムの原料等の使用量を変える点と、40℃

における動粘度が $33.6 \text{ mm}^2/\text{s}$ のペンタエリスリトールテトラエステルと 40°C における動粘度が $47.1 \text{ mm}^2/\text{s}$ のポリ α -オレフィン油との混合油（混合比は、質量比でペンタエリスリトールテトラエステル：ポリ α -オレフィン油＝80：20）を基油として用いる点と、を除いては実施例D1と同様にして、カーボンブラックとN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムとの質量比が90：10であるグリース組成物を得た。

【0129】

このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ84%で、優れた生分解性を有していた。

【実施例D3】

N-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムの原料等の使用量を変える点を除いては実施例D1と同様にして、カーボンブラックとN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムとの質量比が50：50であるグリース組成物を得た。

【0130】

このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ82%で、優れた生分解性を有していた。

【実施例D4】

N-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムの原料等の使用量を変える点を除いては実施例D1と同様にして、カーボンブラックとN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムとの質量比が10：90であるグリース組成物を得た。

【0131】

このグリース組成物について、CECのL-33-T-82に規定された生分解度を測定したところ55%であった。

【実施例D5】

N-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムの原料等の使用量を変える点を除いては実施例D1と同様にして、カーボンブラックとN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムとの質量比が5：95であるグリース組成物を得た。

【0132】

【比較例D1】

前述の比較例B1と同様の市販品のリチウム石けん系グリースである。

【比較例D2】

前述の比較例B2と同様のものである。

【比較例D3】

40°C における動粘度が $75 \text{ mm}^2/\text{s}$ のパラフィン系鉱油150gに、N-オクタデシルテレフタルアミド酸のメチルエステル157.5gを加え、 130°C に加熱して溶解した。その後、 100°C 以下に冷却し、50%水酸化ナトリウム水溶液35gを加えた。そして、十分攪拌しながら徐々に加熱し、けん化を行った。けん化終了後、 150°C においてさらにパラフィン系鉱油150gを加え、 200°C まで加熱した。

【0133】

その後、2,6-ジ-*t*-ブチル-*p*-クレゾールとフェニル-1-ナフチルアミンとソルビタンモノオレートとをそれぞれ2.5g加え、ミル処理及び脱泡処理を行いグリース組成物を得た。

これら8種のグリース組成物（実施例D1～D5及び比較例D1～D3）について、混和ちょう度及び滴点を測定した（JIS K2220による）。その結果をグリース組成物の組成と併せて表7及び表8にまとめて示す。なお、表7及び表8の「増ちょう剤の種類」の欄に記載されている数値は、増ちょう剤全体を100とした場合における増ちょう剤を構成する各成分の量比である。また、「増ちょう剤の量」，「基油の量」，及び「添加剤の量」の欄に記載されている数値は、グリース組成物全体を100とした場合における増ちょう剤，基油，添加剤の量比である。

【0134】

【表 7】

		実施例D1	実施例D2	実施例D3	実施例D4	実施例D5
増ちょう剤 の種類 ¹⁾	N-オクタデシル テレフタルアミド 酸ナトリウム	5	10	50	90	95
	カーボンブラック	95	90	50	10	5
	リチウム石けん	—	—	—	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		8	10	20	25	40
基油の量 ¹⁾		90.5	88.5	78.5	73.5	58.5
添加剤の量 ¹⁾		1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
混和ちょう度		265	270	260	270	225
滴点 (℃)		240	240	245	245	246
導電性 (軸受抵抗値)		0.04	0.06	0.07	0.08	0.18
耐久性 (潤滑寿命)		2.0	2.5	2.6	2.4	2.0

1) 数値の単位は質量%

【0135】

【表 8】

		比較例D1	比較例D2	比較例D3
増ちょう剤の種類 ¹⁾	N-オクタデシル テレフタルアミド 酸ナトリウム	—	—	100
	カーボンブラック	—	100	—
	リチウム石けん	100	—	—
増ちょう剤の量 ¹⁾		10	8	35
基油の量 ¹⁾		89	90.5	63.5
添加剤の量 ¹⁾		1	1.5	1.5
混和ちょう度		265	280	250
滴点(℃)		174	220	215
導電性(軸受抵抗値)		1	0.03	1.2
耐久性(潤滑寿命)		1	1.4	1.5

1) 数値の単位は質量%

【0136】

また、これらのグリース組成物の耐久性(潤滑寿命)及び導電性を併せて評価した。以下にその方法を説明する。

〔耐久性の評価方法について〕

実施例D1～D5及び比較例D1～D3のグリース組成物5gをそれぞれ充填した深溝玉軸受(呼び番号6306VV、内径30mm、外径72mm、幅19mm)を用意した。

【0137】

これらの深溝玉軸受を、図6に示すようなASTM D 1741の軸受寿命試験機に類似の試験機に装着した。そして、温度90℃、ラジアル荷重690N、アキシアル荷重490Nの下で、 1000min^{-1} の回転速度でモータ(図示せず)により回転させ、該モータが過負荷にて停止するまでの時間、又は深溝玉軸受の温度が100℃を超えるまでの時間を寿命とした。

【0138】

耐久性の評価結果を表7及び表8に併せて示す。なお、表7及び表8に記載されている寿命の数値は、比較例D1のグリース組成物の寿命を1とした場合の相対値で示してある。

〔導電性の評価方法について〕

導電性の評価は、前述と全く同様に行った。導電性の評価結果を表7及び表8に併せて示す。なお、表7及び表8に記載の軸受抵抗値は、比較例D1の軸受抵抗値を1とした場合の相対値で示してある。

【0139】

〔耐久性の評価結果について〕

実施例D1～D5のグリース組成物はN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムを含有しているので、それを含有していない比較例D1や比較例D2と比べて長寿命で、高温下においても優れた耐久性を有していた。 10

〔導電性の評価結果について〕

実施例D1～D5のグリース組成物はカーボンブラックを含有しているので、それを含有していない比較例D1や比較例D3と比べて転がり軸受の抵抗値が小さく、導電性が優れていた。

【0140】

次に、増ちょう剤におけるカーボンブラックとN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムとの割合について検討した。すなわち、カーボンブラックとN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムとの割合が異なる種々のグリース組成物について、耐久性（潤滑寿命）及び導電性（軸受抵抗値）を前述と同様にして評価した。なお、増ちょう剤の含有量は、グリース組成物全体の18質量%に統一した。また、基油には、40℃における動粘度が33.6 mm²/sであるペンタエリスリトールテトラエステルを用いた。 20

【0141】

評価の結果を図11のグラフに示す。なお、このグラフにおける潤滑寿命及び軸受抵抗値の数値は、前述の比較例D1のグリース組成物の潤滑寿命及び軸受抵抗値を1とした場合の相対値で示してある。

図11のグラフから、カーボンブラックの割合が5～95質量%であると（すなわち、N-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムの割合が95～5質量%であると）潤滑寿命が優れており、10～90質量%であると潤滑寿命がさらに優れていることが分かる。また、カーボンブラックの割合が5質量%以上であると、軸受抵抗値が低く導電性が優れていることが分かる。 30

【0142】

次に、グリース組成物中の増ちょう剤の含有量が異なる種々のグリース組成物を用意して、その生分解度（CECのL-33-T-82に規定されたもの）を評価した。なお、増ちょう剤におけるカーボンブラックとN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムとの割合は、カーボンブラック：N-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウム＝50：50（質量比）に統一した。また、基油には、40℃における動粘度が33.6 mm²/sであるペンタエリスリトールテトラエステルを用いた。

【0143】

生分解度の評価の結果を図12のグラフに示す。増ちょう剤の含有量が20質量%以下であると、グリース組成物は80%以上という優れた生分解度を示すことが分かる。 40

なお、本実施形態は本発明の一例を示したものであって、本発明は本実施形態に限定されるものではない。

【0144】

例えば、基油及び増ちょう剤の種類及び量は前述のものに限定されるものではなく、また、グリース組成物にはその他の添加剤をさらに添加してもよい。

また、本実施形態においては転動装置の例として深溝玉軸受をあげて説明したが、本発明は、他の種類の様々な転がり軸受に対して適用することができる。例えば、アンギュラ玉軸受、自動調心玉軸受、円筒ころ軸受、円すいころ軸受、針状ころ軸受、自動調心ころ軸受等のラジアル形の転がり軸受や、スラスト玉軸受、スラストころ軸受等のスラスト形の 50

転がり軸受である。

【0145】

また、本発明は、高温、高速、高荷重という厳しい条件下で使用され、導電性が要求される場合には、転がり軸受に限らず、他の種類の様々な転動装置に対して適用することができる。例えば、ボールねじ、リニアガイド装置、直動ベアリング等である。

【0146】

【発明の効果】

以上のように、本発明に係る請求項1～6のグリース組成物は、耐熱性及び導電性に優れている。

また、本発明に係る請求項7～9のグリース組成物は、耐熱性及び導電性に優れていることに加えて、優れた生分解性を有している。よって、自然環境に放出されたとしても、水質、土壌等に悪影響を及ぼしにくい。

【0147】

さらに、本発明に係る請求項10～12の転動装置は、高温、高速、高荷重という厳しい条件下で使用されても長寿命で且つ自然環境に放出されたとしても水質、土壌等に悪影響を及ぼしにくい。よって、事務機器、自動車電装部品、及び自動車エンジン補機等に好適に使用可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る転動装置の一実施形態である深溝玉軸受の構造を示す部分縦断面図である。

【図2】軸受の抵抗値を測定する装置の概略構成図である。

【図3】増ちょう剤におけるカルシウムスルフォネートコンプレックスの割合と、グリース組成物の防錆性及び玉軸受の軸受抵抗値と、の相関を示すグラフである。

【図4】増ちょう剤におけるカルシウムスルフォネートコンプレックスの割合と、グリース組成物の焼付き荷重及び玉軸受の軸受抵抗値と、の相関を示すグラフである。

【図5】増ちょう剤としてカルシウムスルフォネートコンプレックスを含有するグリース組成物において、増ちょう剤の含有量と、グリース組成物の混和ちょう度及び生分解度と、の相関を示すグラフである。

【図6】グリース組成物を封入した軸受の潤滑寿命を評価する軸受寿命試験機の構成を示す断面図である。

【図7】増ちょう剤としてジウレアを含有するグリース組成物において、増ちょう剤におけるカーボンブラックの割合と、玉軸受の潤滑寿命及び軸受抵抗値と、の相関を示すグラフである。

【図8】増ちょう剤としてジウレアを含有するグリース組成物において、増ちょう剤の含有量とグリース組成物の生分解度との相関を示すグラフである。

【図9】増ちょう剤としてリチウム複合石けんを含有するグリース組成物において、増ちょう剤におけるカーボンブラックの割合と、玉軸受の潤滑寿命及び軸受抵抗値と、の相関を示すグラフである。

【図10】増ちょう剤としてリチウム複合石けんを含有するグリース組成物において、増ちょう剤の含有量とグリース組成物の生分解度との相関を示すグラフである。

【図11】増ちょう剤としてN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムを含有するグリース組成物において、増ちょう剤におけるカーボンブラックの割合と、玉軸受の潤滑寿命及び軸受抵抗値と、の相関を示すグラフである。

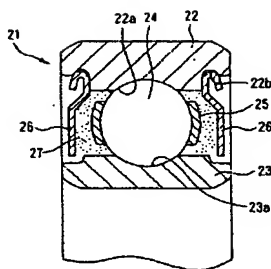
【図12】増ちょう剤としてN-オクタデシルテレフタルアミド酸ナトリウムを含有するグリース組成物において、増ちょう剤の含有量とグリース組成物の生分解度との相関を示すグラフである。

【符号の説明】

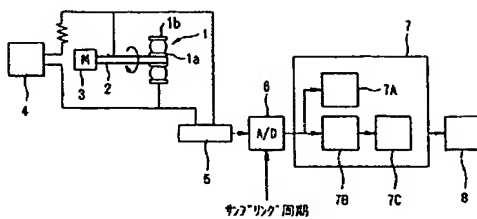
- 21 玉軸受
- 22 外輪
- 22a 外輪軌道面

- 2 3 内輪
- 2 3 a 内輪軌道面
- 2 4 玉
- 2 7 グリース組成物

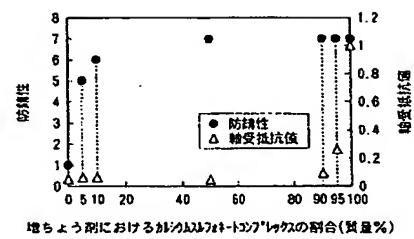
【図 1】



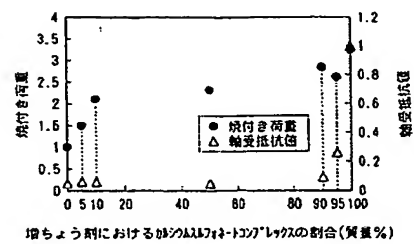
【図 2】



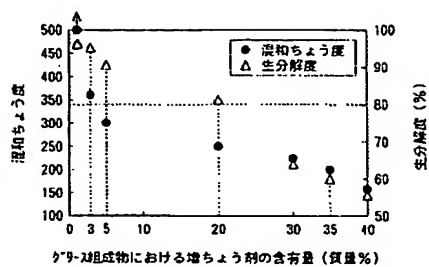
【図 3】



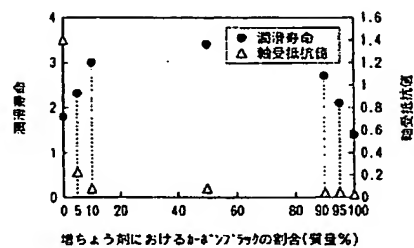
【図 4】



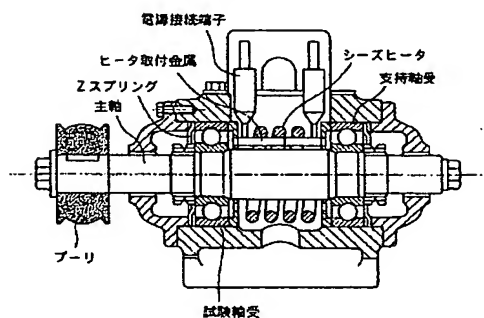
【図 5】



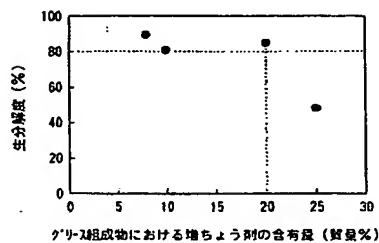
【図 7】



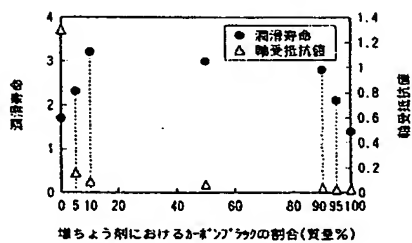
【図 6】



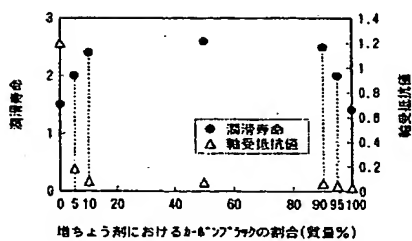
【図 8】



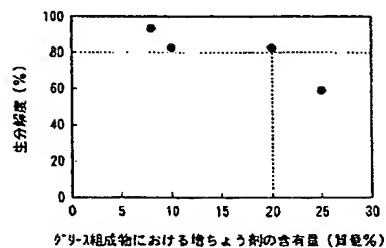
【図 9】



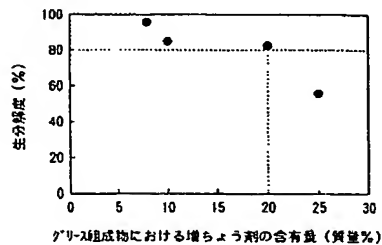
【図 11】



【図 10】



【図 12】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

F I

テーマコード (参考)

C 1 0 M 115/08	C 1 0 M 115/08	
C 1 0 M 115/10	C 1 0 M 115/10	
C 1 0 M 117/02	C 1 0 M 117/02	
C 1 0 M 117/04	C 1 0 M 117/04	
F 1 6 C 33/66	F 1 6 C 33/66	Z
// H 0 2 K 5/16	H 0 2 K 5/16	A
C 1 0 N 10:02	C 1 0 N 10:02	
C 1 0 N 10:04	C 1 0 N 10:04	
C 1 0 N 10:06	C 1 0 N 10:06	
C 1 0 N 20:06	C 1 0 N 20:06	Z
C 1 0 N 30:00	C 1 0 N 30:00	Z
C 1 0 N 30:08	C 1 0 N 30:08	
C 1 0 N 50:10	C 1 0 N 50:10	

(72)発明者 宮島 裕俊

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号 日本精工株式会社内

Fターム(参考) 3J101 AA02 AA62 EA63 FA06 FA11 FA32 FA60 GA24 GA53

4H104 AA04B BB17B BB19B BB34A BE11B BE13B BJ05B DB06B EA08B EA22B

FA01 FA02 FA03 QA18

5H605 AA12 CC04 EB01 FF13 GG21